Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

168. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT
MIT 16 ABBILDUNGEN IM TEXT
(ABGESCHLOSSEN AM 21. JULI 1959)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1959

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 168 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Paulig, G., Über eine Methode zur Bestimmung von Alodan-Rückständen in Getreide. Mit 5 Textabbildungen 401

Tripathi, K. K., and D. Banerjea, Nicotinamidoxime as an Analytical Reagent. Part II. Spectrophotometric Determination of Cobalt with Nicotinamidoxime. With 3 Figures in the Text 407

Deshmukh, G. S., and S. V. Tatwawadi, A New Method for the Standardisation of Hypobromite 411

Ružička, E., Ascorbinometrische Bestimmung von Resazurin und Resorufin und ihren Derivaten 414

Datta, S. K., Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part IX. Analytical Reactions of Maleanilic Acids 418

Kainz, G., und F. Kasler, Gaschromatographische Untersuchung des Azotometergases, das bei der Stickstoffbestimmung nach Dumas entsteht. Mit 2 Textabbildungen 425

Lassner, E., und R. Scharf, Zur komplexometrischen Titration von Molybdän. II. Mitteilung 429

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Bundesgesundheitsamt, Max von Pettenkofer-Institut,
Abteilung für Lebensmittelchemie, Berlin-Dahlem

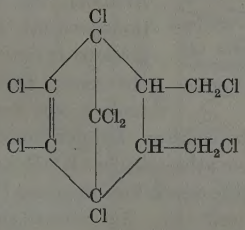
Über eine Methode zur Bestimmung von Alodan-Rückständen in Getreide

Von
G. Paulig

Mit 5 Textabbildungen

(Eingegangen am 1. Dezember 1958)

Alodan ist ein neues Kontaktinsecticid, das von den Farbwerken Hoechst entwickelt worden ist. Nach Angabe der Herstellerfirma ist es besonders zur Bekämpfung von Kornkäfern in Getreide geeignet. Seiner chemischen Struktur nach ist Alodan, $C_9H_6Cl_8$, FP 104° C, das auch als „Hoe 2705" bezeichnet wird, 5,6-Bis-(chlormethyl)-1,2,3,4,7,7-hexachlorbicyclo-[2,2,1]-hepten-(2) mit folgender Strukturformel:



Zur Klärung der Frage, in welchem Ausmaß die Alodankonzentration in lagerndem Getreide innerhalb einer bestimmten Zeit abnahm, war es notwendig, eine spezifische Bestimmungsmethode zu entwickeln, die es erlaubte, Rückstände von Alodan in Konzentrationen bis 0,5 ppm zu erfassen. Einige orientierende Versuche hatten gezeigt, daß colorimetrische Bestimmungsverfahren, wie sie z. B. für die Bestimmung der chemisch ähnlich gebauten Kontaktinsecticide Aldrin, Dieldrin, Endrin, Isodrin und Toxaphen[3] verwendet werden, für die Bestimmung von Alodan ungeeignet waren. Bei der Ausarbeitung einer Bestimmungsmethode für DDT- und Gammexan-Rückstände in Getreide[4] waren wir mit den Schwierigkeiten vertraut geworden, die der Isolierung eines Kontaktinsecticides aus einem Getreideextrakt entgegenstanden. Daher blieb nur die Möglichkeit offen, eine spektrophotometrische Bestimmungsmethode auszuarbeiten, die spezifisch und empfindlich genug war und bei der die Anwesenheit von geringen Mengen an Begleitstoffen aus dem Getreide keine Störung verursachte.

Das UV-Spektrum des Alodans eignet sich nicht zur Bestimmung, weil es zwar ein breites Maximum bei 214 mμ (Abb. 1) besitzt, das aber nur schwache Intensität aufweist. In diesem Wellenlängenbereich führen auch geringe Konzentrationen von Extraktstoffen aus dem Getreide zu nicht reproduzierbaren Ergebnissen.

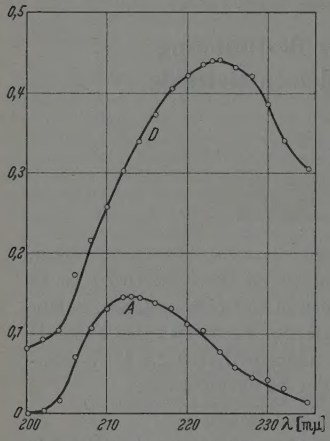
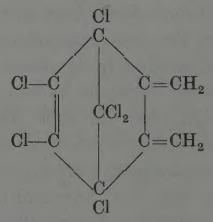


Abb. 1. UV-Spektrum des Alodans (*A*) und des 5,6-Dimethylenhexachlorbicycloheptens (*D*); je 2 mg in 100 ml n-Heptan; 5 mm Quarzküvette

Wie Abb. 2 zeigt, besitzt das IR-Spektrum des Alodans zwischen 2 und 15 μ, eine Reihe typischer Banden, die jedoch entweder im Bereich der Eigenabsorption vom als Lösungsmittel verwendeten CS_2 bzw. der schwer zu beseitigenden Extraktstoffe aus dem Getreide liegen oder in ihrer Intensität zur Bestimmung kleiner Konzentrationen zu schwach sind.

Wir suchten daher nach einer nahezu quantitativ verlaufenden Reaktion des Alodans, die ein einheitliches Reaktionsprodukt liefert, dessen Banden größere Intensität als die von Alodan aufweisen. Dabei lag es nahe, zu versuchen, aus dem Alodanmolekül Chlor bzw. Chlorwasserstoff abzuspalten. Bei der Reaktion einer äthanolischen Alodanlösung mit 2%iger äthanolischer KOH-Lösung entsteht in nahezu quantitativer Ausbeute, die durch Verfolgen des Ultraviolett-Absorptionsspektrums* nachzuweisen ist, 5,6-Dimethylen-1,2,3,4,7,7-hexachlorbicyclohepten von folgender Struktur:



Für diesen Reaktionsmechanismus und die gebildete Dimethylenverbindung sprechen folgende Gründe:

1. Durch Elementaranalyse wurde die Bruttoformel $C_9H_4Cl_6$ bestätigt (berechnet: C 33,27%, H 1,24%, Cl 65,49%; gefunden: C 33,24%, H 1,29%, Cl 64,69%).

* Das UV-Spektrum der Verbindung (Abb. 1) zeigt ein Maximum bei 223 mμ, dessen Intensität etwa dreimal so stark ist wie die des Maximums des Alodans.

2. Die Titration der abgespaltenen Chlorionen nach VOLHARD ergab, daß je Mol Alodan 2 Chlorionen abgespalten werden (berechnet: 25,0%; gefunden: 25,7%).

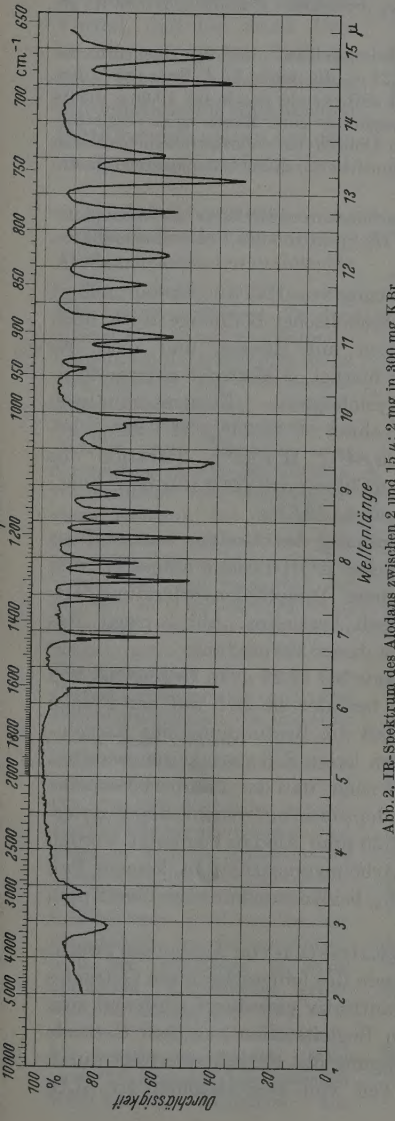


Abb. 2. IR-Spektrum des Alodans zwischen 2 und 15 μ; 2 mg in 300 mg KBr

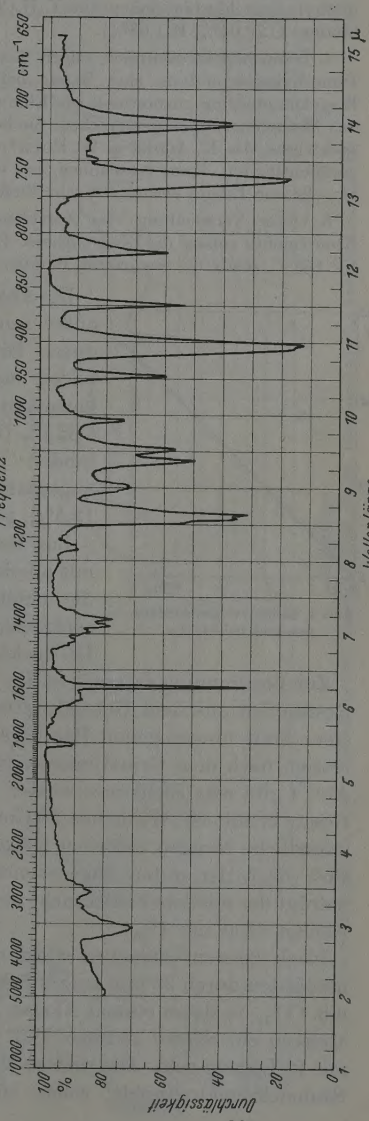


Abb. 3. IR-Spektrum des Dimethylenhexachlorbicycloheptens zwischen 2 und 15 μ; 2 mg in 300 mg KBr

3. Das Vorhandensein von Doppelbindungen, die nicht durch Chlor abgeschirmt sind, wird dadurch bewiesen, daß die Verbindung lebhaft Brom addiert. (Bei der Bromaddition in Chloroformlösung bildet sich als Additionsprodukt 5,6-Bis-(brommethyl)-hexachlorbicycloheptdien $C_9H_4Cl_6Br_2$ (berechnet: C 22,30%, H 0,83%; gefunden: C 22,64%, H 1,03%).

4. Infrarotspektroskopisch zeigen das Alodanspektrum und das Spektrum der Dimethylenverbindung eine Bande bei 6,27 μ, die nach L. J. Bellamy[2] dem Bicycloheptenring zuzuordnen ist. Eine neu auftretende Bande bei 10,96 μ dürfte den Methylengruppen entsprechen. Sie ist gegenüber einer Bande eines Vergleichsspektrums, das K. Alder u. W. Roth[1] von Dimethylen-endomethylencyclohexan veröffentlichten, etwas verschoben, was vermutlich durch die Chlorsubstitution des bicyclischen Ringes verursacht sein dürfte.

5. Unter Verwendung von Acetylendicarbonsäuremethylester als dienophiler Komponente gelang die Diensynthese. Das IR-Spektrum des Reaktionsproduktes, FP 145°C, zeigte die erwarteten Banden.

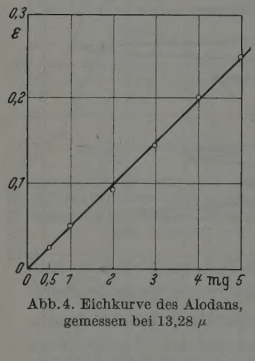


Abb. 4. Eichkurve des Alodans, gemessen bei 13,28 μ

Die Abspaltung von HCl aus Alodan gelingt außer mit alkoholischer Kalilauge auch noch durch Erhitzen mit Eisessig und Zink. Es bildet sich hierbei 5-Methyl-6-chlormethyl-hexachlorbicyclohepten (Elementaranalyse) $C_9H_7Cl_7$ (berechnet: C 29,75%, H 1,94%; gefunden: C 29,84%, H 1,93%, Titration des abgespaltenen Chlors nach Volhard, berechnet: 12,5%; gefunden: 12,7%).

Zur Bestimmung des Alodans wurde dieses mit alkoholischer KOH-Lösung umgesetzt und die entstandene Dimethylenverbindung IR-spektroskopisch bestimmt. Abb. 3 zeigt das IR-Spektrum dieser Verbindung.

Zur Bestimmung geeignet ist die Bande bei 13,28 μ. In Gegenwart von Reststoffen aus dem Getreideextrakt befindet sie sich auf der Flanke einer breit hingezogenen Bande, so daß die Bestimmung der Konzentration nach dem Grundlinienverfahren keine Schwierigkeiten bereitet. Abb. 4 gibt eine Eichkurve wieder. Sie zeigt, daß das Lambert-Beersche Gesetz erfüllt ist. Wir haben 28 Getreideproben untersucht, denen unterschiedliche Mengen zwischen 0,5 und 25 ppm Alodan zugesetzt worden sind (nach der unten angegebenen Arbeitsvorschrift). In keinem Fall beträgt der mittlere Fehler mehr als 5%, bei Konzentrationen über 2 ppm Alodan sogar nur 1%.

Nach unseren Versuchen erfolgt die Extraktion von Alodan am zweckmäßigsten durch 30 min langes Schütteln des feingeschroteten Getreides mit CCl_4, da dabei einmal Alodan quantitativ extrahiert wird und zum anderen ein relativ geringer Teil von Begleitstoffen aus dem Getreide mit in Lösung geht. Die weitere Reinigung des Extraktes erfolgt durch Säulenchromatographie, wobei ein Teil von Begleitstoffen an Al_2O_3

adsorbiert wird, während das Alodan quantitativ im Eluat bleibt. Die hier beschriebene Methode der HCl-Abspaltung aus Alodan mit äthanolischer KOH-Lösung hat den weiteren Vorteil, daß bei dieser Umsetzung ein großer Teil der noch im Eluat verbliebenen aus dem Getreide stammenden Fette verseift und so aus dem Analysengang entfernt wird.

Arbeitsvorschrift für die Bestimmung von Alodanrückständen in Getreide

500 g Getreide werden in einer Schrotmühle zerkleinert. Zu dem in einer Flasche mit Schliffstopfen befindlichen Mahlgut werden 700 ml CCl_4 zugesetzt. Die verschlossene Flasche wird 30 min mechanisch heftig geschüttelt. Dann wird der Extrakt durch Absaugen unter Verwendung einer großen G 4-Glasfrittennutsche vom Mahlgutrückstand getrennt. Der Rückstand wird zweimal mit je 100 ml CCl_4 gewaschen. Die vereinigten Filtrate werden auf dem Wasserbad bei ungefähr 85° C bis auf etwa 50 ml eingeengt. Dieser Extrakt wird mit Na_2SO_4 getrocknet und filtriert. Das Filtrat läßt man durch eine Chromatographiersäule von 25 mm Durchmesser laufen, die eine etwa 10 cm hohe Schicht Al_2O_3 (Gebrüder Giulini, Aktivitätsstufe I) enthält, und eluiert mit 200 ml CCl_4. Der Hauptanteil der farbigen Begleitstoffe aus dem Getreide wird dabei in 3 Zonen innerhalb der ersten 4 cm der Säule adsorbiert. Das Eluat wird auf dem Wasserbad bei etwa 85° C zur Trockne eingedampft. Im gleichen Kolben wird der Rückstand in 25 ml absolutem Äthylalkohol gelöst und die Lösung auf etwa 85° C erwärmt. Nachdem diese Temperatur erreicht ist, werden 100 ml einer 2%igen äthylalkoholischen KOH-Lösung zugegeben. Die

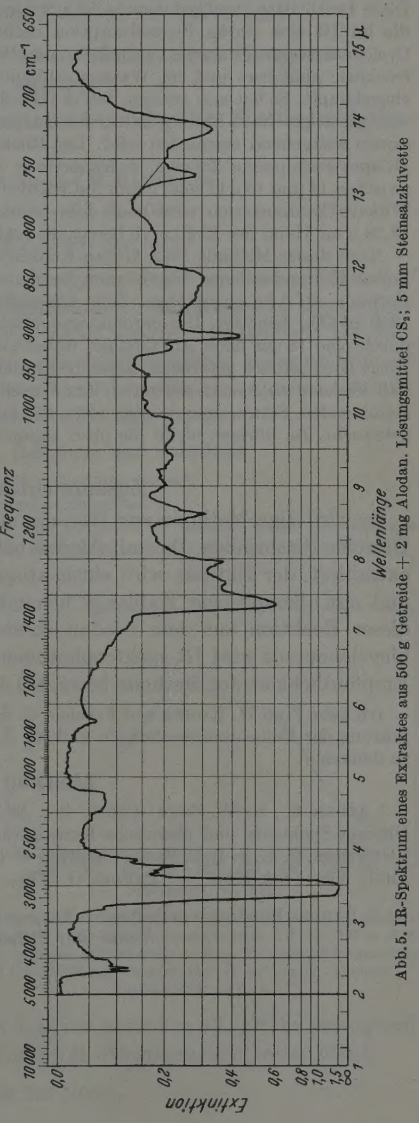


Abb. 5. IR-Spektrum eines Extraktes aus 500 g Getreide + 2 mg Alodan. Lösungsmittel CS_2; 5 mm Steinsalzküvette

Lösung wird 30 min auf dieser Temperatur gehalten, sodann in mindestens 500 ml Wasser eingegossen und im Scheidetrichter dreimal mit je 50 ml Cyclohexan ausgeschüttelt, das vorher sorgfältig fraktioniert destilliert worden ist. Diese Destillation des Cyclohexans ist notwendig, um störende Verunreinigungen, die im IR eine starke Eigenabsorption besitzen, zu entfernen. Die vereinigten Cyclohexanauszüge werden gründlich mit Wasser gewaschen, mit Na_2SO_4 getrocknet, abfiltriert und im Wasserstrahlpumpenvakuum bei 50°C zur Trockne eingedampft. Es hat sich gezeigt, daß es vorteilhaft ist, an Stelle des Waschwassers eine gesättigte NaCl-Lösung zu verwenden, da dadurch das Auftreten von Emulsionen weitgehend vermieden wird. Der Rückstand wird in 5 ml CS_2 (Merck, für IR-spektroskopische Zwecke) aufgenommen und das IR-Spektrum der Lösung zwischen 11 und 15 μ in einer 5 mm NaCl-Küvette gemessen (vgl. Abb. 5, S. 405). Die Wirkstoffkonzentration wird nach dem Grundlinienverfahren aus der Bande bei 13,28 μ an Hand der Eichkurve berechnet (vgl. Abb. 5).

Nach dieser Methode sind Alodan-Konzentrationen bis zu 1 ppm bestimmbar. Sollen Konzentrationen bis 0,5 ppm bestimmt werden, so ist die Einwaage an Getreide auf 1 kg zu erhöhen. Zum Ausschütteln dieses Mahlgutes werden etwa 1200 ml CCl_4 benötigt. Die chromatographische Reinigung des Extraktes erfolgt durch eine 15 cm hohe Al_2O_3-Säule, wobei mit 500 ml CCl_4 eluiert wird. Ist das Eluat noch gelblich gefärbt, so kann die Chromatographie wiederholt werden, ohne daß Verluste an Alodan auftreten. Zur Verseifung der größeren aus dem Getreide stammenden Fettmengen werden etwa 250 ml 2%ige alkoholische KOH-Lösung gebraucht. Im übrigen bleibt die oben angegebene Arbeitsvorschrift unverändert.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode zur Bestimmung von Alodan-Rückständen in Getreide beschrieben. Das mit Alodan behandelte Getreide wird mit CCl_4 extrahiert, der Extrakt wird chromatographisch gereinigt, eingedampft und mit alkoholischer Kalilauge behandelt. Die Konzentration des bei dieser Reaktion aus dem Alodan entstandenen Dimethylenhexachlorbicycloheptens wird IR-spektrophotometrisch bei 13,28 μ bestimmt. Die Empfindlichkeit der Methode beträgt 0,5 ppm.

Ich habe Frau W. Kuhne und Fräulein G. Schroeder für die sorgfältige Durchführung der Reihenuntersuchungen und für ihre Unterstüzung bei den Versuchen zu danken.

Literatur

[1] Alder, K., u. W. Roth: Chem. Ber. 88, 407 (1955). — [2] Bellamy, L. J.: Ultrarot-Spektrum und chemische Konstitution. Darmstadt: Steinkopff 1955. — [3] Gunther, F. A., u. R. C. Blinn: Analysis of Insecticides and Acaricides. Intersci. Publ., New York 1955. — [4] Paulig, G.: Diss. Techn. Univ. Berlin 1956.

Dr. G. Paulig, Bundesgesundheitsamt, Max von Pettenkofer-Institut, Berlin-Dahlem, Unter den Eichen 82/84

Department of Inorganic and Analytical Chemistry, Indian Association for the Cultivation of Science, Jadavpur, Calcutta-32, India

Nicotinamidoxime as an Analytical Reagent

Part II*

Spectrophotometric Determination of Cobalt with Nicotinamidoxime

By

K. K. Tripathi and D. Banerjea

With 3 Figures in the Text

(Received February 20, 1959)

In continuation of the work already reported[4] on the application of nicotinamidoxime for the spectrophotometric determination of uranium, the reaction of this reagent with cobalt was further studied. The substance was found useful for the spectrophotometric determination of cobalt, using the deep blue colour formed in alkaline aqueous-alcoholic medium, details of which are described in this paper.

I. Apparatus, Reagents and Solutions

The apparatus was the same as in Part I of this series[4].

Nicotinamidoxime was also prepared as described[4].

A stock solution of cobalt nitrate was prepared in distilled water containing a little nitric acid, using reagent grade chemicals and was standardized gravimetrically as anhydrous cobalt sulfate.

All other chemicals used were of reagent quality (G. R.-E. Merck or A. R.-B. D. H.). Ethylalcohol used was distilled in presence of metallic sodium from an all glass distilling set.

II. Cobalt(II)-Nicotinamidoxime System

Absorption Spectrum. This is shown in Fig. 1 along with that of the reagent blank. The cobalt(II)-nicotinamidoxime colour has its maximum absorption at 580 mμ where the reagent blank does not absorb at all. All the subsequent measurements were, therefore, made at 580 mμ against water blank.

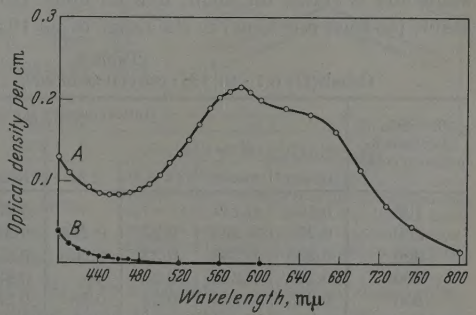


Fig. 1. Absorption spectrum of Co^{II}-nicotinamidoxime system. *A*: [Co^{2+}, $6.7 \cdot 10^{-5}$ M; nicotinamidoxime, $1.3 \cdot 10^{-2}$ M in 40% (v./v.) aqueous ethylalcohol; p_H 9.1]. *B*: absorption spectrum of $1.3 \cdot 10^{-2}$ M nicotinamidoxime in 40% (v./v.) aqueous ethylalcohol; p_H 9.22

* Part I: See Z. anal. Chem. **168**, 326 (1959).

Effect of Ethylalcohol Concentration. This is very critical for maximum development of the colour as shown in Table 1.

Table 1

Cobalt(II), $6.7 \cdot 10^{-5}$ M; nicotinamidoxime, $2.68 \cdot 10^{-2}$ M; p_H 10.4; temp. 31° C.

Concentration of ethylalcohol, per cent. (v./v).	20	30	40	50
Optical density per cm, 580 mμ	0.180	0.185	0.24	0.195

Thus, maximum colour development occurs in 40 per cent (v./v.) ethylalcohol.

Effect of p_H. This is shown in Table 2.

Table 2

Cobalt, $6.7 \cdot 10^{-5}$ M; nicotinamidoxime, $2.68 \cdot 10^{-2}$ M; ethylalcohol 40% (v./v.); temp. 31° C.

p_H	Optical density per cm, 580 mμ after				
	10 min	30 min	1 hr	2 hrs	3 hrs
9.44	0.24	0.23	0.21	—	—
9.74	0.24	0.24	0.22	—	—
10.28	0.24	0.24	0.23	0.08	—
10.50	0.24	0.24	0.24	0.23	0.205
10.98	0.24	0.24	0.235	0.215	0.20
11.29	0.24	0.24	0.225	0.20	0.165
11.56	0.24	0.23	0.21	0.16	—
11.78	0.24	0.22	0.19	—	—

Therefore in presence of a large excess of the reagent the optimum p_H range appears to be 9.8—11.3 within which the colour intensity is constant and is stable for about half an hour. However the colour is more stable (at least one hour) in the range of p_H 10.5—11.0.

Table 3

Cobalt(II) $6.7 \cdot 10^{-5}$ M; ethylalcohol 40% (v./v.); temp. 31° C.

Mole ratio of nicotinamidoxime to cobalt	Optical density per cm, 580 mμ							
	at p_H 10.3 ± 0.1				at p_H 11.2 ± 0.1			
	10 min	30 min	1 hr	2 hrs	10 min	30 min	1 hr	2 hrs
100	0.12	0.137	—	—	0.22	0.225	0.225	0.225
200	0.23	0.233	0.23	0.215	0.228	0.225	0.225	0.220
300	0.238	0.238	0.23	0.205	0.235	0.228	0.225	0.215
400	0.245	0.245	0.23	—	0.238	0.235	0.235	0.195
800	0.245	0.245	0.24	0.20	0.235	0.225	0.215	0.135

Effect of Reagent Concentration. This is shown in Table 3. As it has been observed that at low reagent concentration the colour development is slow, therefore the effect of time on the rate of development of colour has also been studied simultaneously to know at what reagent concentration full development of colour occurs instantaneously.

From the Table 3 it is clear that within the optimum p_H range, an amount of the reagent at least 300 times the molar ratio of cobalt is

necessary for the colour development to be instantaneous and complete. It has also been observed that increasing the ionic strength of the medium by adding excess KCl has absolutely no effect on the rate of development of the colour as well as its intensity.

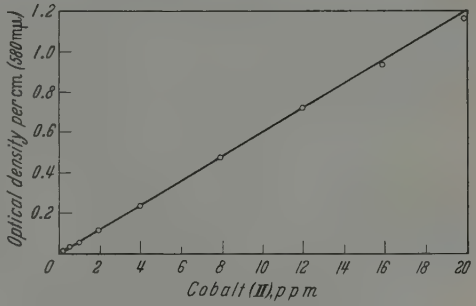


Fig. 2. Adherence of Co^{II}-nicotinamidoxime system to Beer's law

Rate of Reaction and Stability of the Colour. From Tables 2 and 3 it appears that under the optimum conditions of p_H (10.5—11.0), concentration of reagent and alcohol, complete development of colour occurs instantaneously and the colour is stable for at least one hour.

Effect of Temperature. The colour intensity under optimum conditions is unaltered in the range of 15—40° C.

Beer's Law. The system adheres to Beer's Law in the range of 0.2—20 ppm of cobalt (Fig. 2) with an optimum range of 2—16 ppm of the metal, as has been evaluated from a RINGBOM's plot[1].

Sensitivity (SANDELL[2]). The spectrophotometric sensitivity is 0.01 μg cobalt per cm^2.

The visual identification limit is 0.5 μg cobalt per ml ($1:2 \cdot 10^6$).

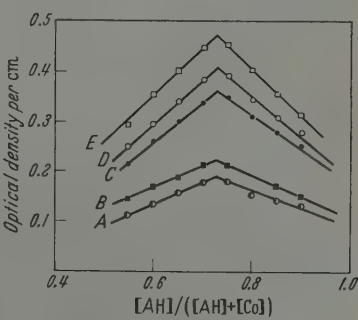
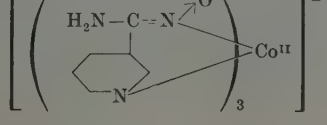


Fig. 3. Application of Job's method to Co^{II}-nicotinamidoxime system (AH = nicotinamidoxime) $[Co] + [AH] = 1.34 \cdot 10^{-3}$ M. *A* at 500 mμ after 1 hr; *B* at 500 mμ after 3 hrs; *C* at 650 mμ after 1 hr; *D* at 580 mμ after 1 hr; *E* at 580 mμ after 3 hrs

Nature and the Composition of the Coloured Species. This has been established by Job's method of continuous variation as modified by VOSBURGH and COOPER[5] (Fig. 3). Precipitation of cobalt in these solutions was prevented by adding some Rochelle's salt to each of these solutions so that the concentration of tartrate was five times that of the cobalt. The most probable structure of the compound is represented below:



Effect of Diverse Ions. On account of the high p_H and the alcoholic medium used for development of the colour most anions and cations interfere. Anions which are without any effect even in large amounts are chloride, nitrate, acetate, citrate and tartrate. Most of the cations interfere and should be absent. Cyanide and EDTA bleach the colour and attempts to use citrate and tartrate as masking agents were ineffective.

III. Recommended Procedure

An acid solution containing cobalt(II), freed from all other cations and large excess of alkali salts by suitable methods[3], is treated with an excess of an aqueous solution of the reagent and 40 ml ethylalcohol per 100 ml of the final volume and was diluted to about 80% of the final volume by adding distilled water, p_H of this solution was then adjusted to about 10.8. Final volume was then made up with distilled water and optical density measured at 580 mμ against water blank.

Summary

Cobalt(II) gives a deep blue colour with nicotinamidoxime in alkaline aqueous-ethylalcoholic medium which has been used with advantage for the spectrophotometric determination of this metal. The optimum p_H for the development of colour is 9.8—11.3 in aqueous-alcoholic (40% v./v.) medium in presence of a large excess of the reagent, at 15—40°C. The colour intensity is measured at 580 mμ. Sensitivity is 0.01 μg cobalt per cm^2, while visual identification limit is 0.5 μg cobalt per ml ($1:2 \cdot 10^6$). Beer's law is obeyed in the range of 0.2—20 ppm of the metal, with an optimum range of 2—16 ppm. The colour is stable for about half an hour in the p_H range of 9.8—11.3 and at least one hour in the range of 10.5 to 11.0. On account of the high p_H and alcoholic medium used, most of the cations and anions interfere and, hence, must be removed.

Acknowledgement. The authors wish to express with appreciation their indebtedness to Prof. P. Ray, M. A., F. N. I., formerly Professor of Inorganic Chemistry and Director, Indian Association for the Cultivation of Science, Jadavpur, Calcutta-32, for his kind interest and for providing all the facilities of the laboratory during the course of the investigations reported here.

References

[1] Ringbom, A.: Z. analyt. Chem. **115**, 332 (1938/39). — [2] Sandell, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals. 2nd Edit. New York: Interscience Publishers, Inc., 1950, p. 50. — [3] Snell, F. D., and C. T. Snell: Colorimetric Methods of Analysis. 3rd Edit. Van Nostrand Co., Inc., New York, 1949., pp. 358 to 361. — [4] Tripathi, K. K., and D. Banerjea: Z. analyt. Chem. **168**, 326 (1959). — [5] Vosburgh, W. C., and G. R. Cooper: J. Amer. chem. Soc. **63**, 437 (1941).

Dr. D. Banerjea, Research Officer, Dept. of Inorganic & Analytical Chemistry, Indian Association for the Cultivation of Science, Jadavpur, Calcutta-32, India

Tabalpur University and Chemical Laboratories, Banaras Hindu University, Banaras-5, India

A New Method for the Standardisation of Hypobromite

By

G. S. Deshmukh and S. V. Tatwawadi

(Received February 28, 1959)

The readiness with which alkali hypobromites are transformed into bromine and oxygen[12] has made them strong oxidising agents. Analytical use of the oxidising capacity of hypobromite has been made for about last fifty years. A critical study of the various reactions involving the oxidation of ammonia, ammonium salts and urea has been reported by Kolthoff and Laur[8]. Hypobromite is used for the oxidation of many organic compounds such as campholonic acid[2], alkyl ketones, higher aryl ketones[10], sulphanilamide[6] and cyclo-alkyl alcohols[11]. It is also valuable as a stabiliser for bromine, in lead vessels, because of its ability to oxidise hydrobromic acid to elemental bromine under atmospheric conditions[3]. Recently titrations involving luminescent organic compounds such as lucigenin or luminol as indicators and hypobromite as a standard oxidant, have been carried out for the quantitative determination of As^{3+}, Sb^{3+}, SO_3^{2-}, S^{2-}, CN^-, SCN^-, and thiosulphate[7].

Because of its great instability hypobromite is not considered as a primary standard. It is standardised either amperometrically against arsenite solution[9] or titrimetrically against pure ammonium sulphate, thiosulphate[13] or hydrogen peroxide[7]. In the latter case lucigenin or luminol is used as a luminescent indicator. It may also be standardised against alkaline phenols[5].

The present communication reports a colorimetric method for the standardisation of hypobromite using potassium ferrocyanide as a primary standard.

Dilute solutions of potassium ferrocyanide are almost colourless. In the preliminary experiments, where aliquots of potassium ferrocyanide were treated with excess of hypobromite in bicarbonate medium, the extinction readings were found to be identical with those of standard ferricyanide solution of equal strength. Furthermore, after the complete oxidation of ferrocyanide to ferricyanide, there was no increase in the intensity of the yellow colour. The possibility of adopting this reaction for the colorimetric standardisation of hypobromite was thus envisaged. This was studied in some detail.

Experimental

Reagents

0.01 M solutions of potassium ferrocyanide and ferricyanide were prepared by dissolving exactly 2.11 g and 1.645 g respectively of the pure recrystallised salts in 500 ml. The strength of ferrocyanide solution was checked by titration with standard ceric sulphate[4] and that of ferricyanide colorimetrically with standard arsenite solution[1].

Approximately 0.06 M sodium hypobromite solution was prepared as described by Kolthoff[8]. *0.2 M solution of sodium bicarbonate* was obtained by dissolving 17 g of bicarbonate in a litre of water.

Procedure

Aliquots of 0.01 M ferrocyanide solution (5, 4, 3, 2 and 1 ml) were treated with a known excess of hypobromite solution and then diluted to 50 ml with (i) water and (ii) 0.2 M bicarbonate. Equal quantities of ferricyanide solution (5, 4, 3, 2 and 1 ml respectively) were similarly diluted to 50 ml.

Table 1. *Oxidation of Ferrocyanide by Hypobromite in Bicarbonate Medium*

Aliquots of ferri- or ferrocyanide diluted to 50 ml (ml)	Extinction values			
	Potassium ferricyanide	Oxidation of ferrocyanide in aqueous medium	Oxidation of ferrocyanide in bicarbonate medium	
			I	II
5	0.153	0.191	0.150	0.149
4	0.175	0.211	0.176	0.177
3	0.203	0.240	0.206	0.210
2	0.244	0.271	0.247	0.241
1	0.310	0.325	0.320	0.306
water		0.435		

After about 5 min 10 ml of each of these samples were separately taken in the Pyrex glass cell and their optical density was measured with the aid of the Hilger Spekker Absorptiometer using a violet filter having maximum transmission at 430 mμ.

Table 2. *Colorimetric Titration of Hypobromite with Ferrocyanide*
Violet filter — Maximum transmission 430 mμ; p_H 8—8.5 (bicarbonate buffer)

No.	Amount of hypobromite ml	Strength of hypobromite M	Amount of ferrocyanide (0.01 M) required ml	Calculated strength of hypobromite M	Difference M
1	1	$2.4 \cdot 10^{-2}$	4.75	$2.375 \cdot 10^{-2}$	0.00025
2	1	$2 \cdot 10^{-2}$	4.00	$2 \cdot 10^{-2}$	—
3	1	$2 \cdot 10^{-2}$	4.05	$2.025 \cdot 10^{-2}$	0.00025
4	1	$1.82 \cdot 10^{-2}$	3.65	$1.825 \cdot 10^{-2}$	0.00005
5	1	$1.36 \cdot 10^{-2}$	2.75	$1.375 \cdot 10^{-2}$	0.00015
6	1	$1 \cdot 10^{-2}$	2.05	$1.025 \cdot 10^{-2}$	0.00025
7	1	$1 \cdot 10^{-2}$	2.00	$1 \cdot 10^{-2}$	—
8	1	$0.80 \cdot 10^{-2}$	1.62	$0.81 \cdot 10^{-2}$	0.0001
9	1	$0.4 \cdot 10^{-2}$	0.81	$0.405 \cdot 10^{-2}$	0.00005

The readings which indicate the complete oxidation of ferrocyanide by hypobromite in bicarbonate medium, but not in an aqueous medium, are listed in Table 1.

The strength of the hypobromite solution was determined by colorimetric titration with standard ferrocyanide. Aliquots of hypobromite solution of varying concentration were taken in the 15 ml Pyrex glass cell and were diluted to about 8 ml with 0.2 M bicarbonate solution. The optical density was adjusted at a maximum. 0.01 M standard ferrocyanide solution was run into the cell in small quantities through a caliberated microburette and the solution was well stirred. The progress of the titration was followed with the decrease in the optical density of the solution. Equivalence point was reached when there was no further decrease in the optical density indicating a complete oxidation of ferrocyanide. The strength of the hypobromite solution was calculated from the amount of standard ferrocyanide required for the titration and was checked by other standard such as amperometric titration with arsenite solution. A typical set of observations indicating the amount of ferrocyanide required for the complete reduction of the aliquots of hypobromite are returned in Table 2.

Discussion

Ferrocyanide is oxidized quantitatively by hypobromite in bicarbonate buffer and 1 ml of M hypobromite is equivalent to 2 ml of M ferrocyanide.

$$OBr^- + 2\,[Fe\,(CN)_6]^{4-} + H_2O \rightarrow Br^- + 2\,[Fe\,(CN)_6]^{3-} + 2\,OH^-.$$

The calculated values based on this assumption compare favourably with the experimental observations. The colorimetric titration may also be carried out reversely *i. e.*, adding hypobromite solution to the ferrocyanide and this titration may be utilised to find out the amount of ferrocyanide in a given solution.

It should, however, be stressed that only dilute solutions of ferrocyanide and hypobromite which are almost colourless may thus be titrated. With comparatively concentrated solutions it is necessary to run a blank in the beginning.

Experiments carried out in the above course of investigation showed that the minimum concentration of ferrocyanide and hypobromite that could be titrated within limits of experimental error by the above procedure, corresponds to 0.004 M and 0.005 M respectively.

Summary

The oxidation of ferrocyanide by hypobromite and the optical density of the yellow colour of ferricyanide thus developed has been studied with the aid of a Hilger Spekker Absorptiometer Model H 760. A violet filter having maximum transmission in the range of 420—450 mμ was used. Series of experiments showed that quantitative oxidation of ferrocyanide occurred in the p_H range 8—8.5 (bicarbonate buffer) and the colorimetric titration may be used for the standardisation of hypobromite. The results compared favourably with those obtained by amperometric titration of hypobromite against sodium arsenite as a primary standard.

Sincere thanks of the authors are due to Prof. S. S. Joshi, D. Sc. (London), F. R. I. C. (London), F. N. I., F. A. Sc. for kind interest and facilities for the work.

References

[1] Bapat, M. G., and S. V. Tatwawadi, J. Sci. Res., Banaras Hindu University, Vol. VII (2) 1956—57, p. 235. — [2] Bechmann, S.: Chem. Ber. **83**, 315 (1950). — [3] Bloch, R., I. Schnerb and D. Kaplan: cf. C. A. **1954**, 11742b. — [4] cf. Böttger, W.: Newer Methods of Volumetric Chemical Analysis, American Edit. 1938, p. 38. Chapman and Hall Ltd., London. — [5] Chapin, R.: J. Amer. Chem. Soc. **56**, 2211 (1934); cf. Z. analyt. Chem. **130**, 87 (1949/50). — [6] Cingolani, E.: Boll. chim. farmac. **88**, 106 (1949). — [7] Erdey, L., and L. Buzas: Acta chim. Acad. Sci. Hung. (Budapest) **6**, 93 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **149**, 132 (1956). — [8] Kolthoff, I. M., and A. Laur: Z. analyt. Chem. **73**, 177 (1928). — [9] Kolthoff, I. M., W. Stricks, and L. Morren: Analyst **78**, 405 (1953); cf. Z. analyt. Chem. **142**, 439 (1954). — [10] Levine, R., and J. R. Stephens: J. Amer. chem. Soc. **72**, 1642 (1950). — [11] Metayer, M., and S. Roumens: C. R. Acad. Sci. **225**, 1324 (1947). — [12] Pollak, F., and E. Doktor: Z. anorg. allg. Chem. **196**, 89 (1931). — [13] Willard, H. H., and W. E. Cake: J. Amer. chem. Soc. **42**, 2649 (1920); cf. Z. analyt. Chem. **73**, 178 (1928).

Dr. G. S. Deshmukh, Chemical Laboratories, Banaras Hindu University, Banaras-5, India

---

Aus dem chemischen Institut der Naturwissenschaftlichen Fakultät, Palacký Universität in Olomouc (Tschechoslowakei)

Ascorbinometrische Bestimmung von Resazurin und Resorufin und ihren Derivaten

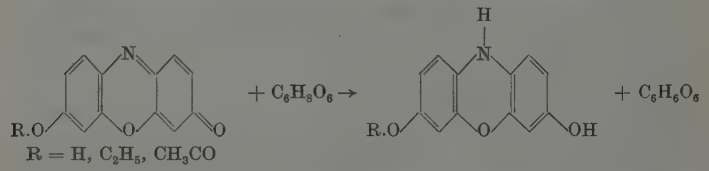
Von

E. Ružička

(Eingegangen am 16. März 1959)

Die Erkenntnis von dem Reduktionsvermögen der Ascorbinsäure hat dazu geführt, daß vorgeschlagen worden ist, diese Säure als ein geeignetes Reagens bei der Bestimmung einiger Ionen zu verwenden[1–3,5,7,10,11].

Resazurin [7-Hydroxyphenoxazon-(2)-10-oxyd][12] und Resorufin [7-Hydroxyphenoxazon-(2)][8] und einige ihrer Derivate werden durch Ascorbinsäure in salzsauren Lösungen zu farblosen oder blaugrünen Leukoverbindungen laut nachstehender Gleichung reduziert:



An der Luft färben sich die farblosen oder blaugrünen Lösungen der Leukoverbindungen infolge Oxydation mit Sauerstoff wiederum rot; es bilden sich die ursprünglichen Farbstoffe.

Der bei Resazurin und seinen Derivaten semipolar an Stickstoff gebundene Sauerstoff übt keinen Einfluß auf die Höhe des Verbrauchs aus, wahrscheinlich infolge der im sauren Medium eingetretenen Spaltung zu Resorufin[6,8,9]. Diese verhältnismäßig sehr empfindlichen Reaktionen werden zur maßanalytischen Bestimmung der angeführten Oxazone ausgenutzt. Der Äquivalenzpunkt wird potentiometrisch ermittelt.

Experimenteller Teil und Ergebnisse

Reagentien und Apparate

Die 10^{-3} m *Ascorbinsäurelösung* wurde durch Lösen von 0.0885 g Substanz in redest. Wasser zu 500 ml bereitet und mit 0,02 g ÄDTA (Dinatriumsalz) und 1 ml Ameisensäure stabilisiert.

Resazurin wurde nach WESELSKY[12] hergestellt und sein Reinheitsgrad mit Hilfe der Stickstoffbestimmung kontrolliert.

Für $C_{12}H_6NO_4 \cdot Na$ (251,15) berechnet: 5,57% N; gefunden: 5,24% N.

Die 10^{-3} m Lösung wurde durch Auflösen von 62,78 mg Natriumsalz des Resazurins in 250 ml 96%igem Äthanol gewonnen. *Resazurinäthyläther* wurde nach NIETZKI[8] dargestellt und sein Reinheitsgrad mit dem Schmelzpunkt (215°C) kontrolliert. Um eine 10^{-3} m Lösung zu bereiten, wurden 64,30 mg dieser Verbindung in 250 ml 96%igem Äthanol aufgelöst. Die Reinheit des *O-Acetylresazurins*[8] wurde mit dem Schmelzpunkt (220°C) geprüft. Die 10^{-3} m Lösung wurde durch Auflösen von 64,79 mg Substanz in 250 ml 96%igem Äthanol erhalten. *Resorufin* wurde nach WESELSKY[12] bereitet und seine Reinheit mit Hilfe der Stickstoffanalyse kontrolliert.

Für $C_{12}H_7NO_3$ (213,16) berechnet: 6,56% N; gefunden: 6,40% N.

Die 10^{-3} m Resorufinlösung wurde durch Auflösen von 53,29 mg Substanz in 250 ml 96%igem Äthanol bereitet.

Die 10^{-3} m *Resorufinäthylätherlösung*[8] wurde durch Auflösen von 60,32 mg dieser Substanz in 250 ml 96%igem Äthanol hergestellt. Die Reinheit des Präparates wurde mit dem Schmelzpunkt (227°C) kontrolliert. Die 10^{-3} m *O-Acetylresorufinlösung*[8] wurde durch Auflösen von 60,80 mg Substanz in 250 ml 96%igem Äthanol erhalten [Kontrolle des Reinheitsgrades mit dem Schmelzpunkt (223°C)].

Die Messungen wurden mit dem „Ionoscop" (Laboratoriumsapparate VE-Betrieb) unter Benutzung einer blanken Platinelektrode als Indicator und einer gesättigten Kalomelelektrode als Vergleichselektrode durchgeführt.

Nachweis von Resazurin, Resorufin und ihren Derivaten

Um die Empfindlichkeit der Reaktionen von Resazurin, Resorufin und der zugehörigen Derivate mit Ascorbinsäure feststellen zu können, wurde im Reagensglas 1 ml der zu untersuchenden Lösung mit 0,5 ml konzentrierter Chlorwasserstoffsäure versetzt und 1 ml 0,1%iger Ascorbinsäurelösung in redest. Wasser hinzugefügt. Schütteln oder leichtes Anwärmen der rotbraunen Lösungen der angeführten Oxazone rief entweder Entfärbung oder Blaugrünfärbung hervor. Die Reaktionsempfindlichkeit liegt bei allen angeführten Verbindungen im Bereich pD 5,8—6,0. Aminooxazone werden durch die Ascorbinsäure unter den angeführten Bedingungen überhaupt nicht [3-Aminophenoxazon-(2)], 7-Amino-4-methylenphenoxazon-(2) oder nur langsam (Gallocyanin) reduziert. Analog reagieren auch manche Oxazine (Nilblau, Kresylblau),

Thionin und Thionol. Die Reaktion wird durch Azofarbstoffe und durch andere gefärbte Verbindungen, die unter Einwirkung der Ascorbinsäure keiner Reduktion unterliegen, störend beeinflußt.

Bestimmung von Resazurin, Resorufin und ihren Derivaten

Durch potentiometrische Titration mit Ascorbinsäure wurden die Substanzen Resazurin, Resazurinäthyläther, O-Acetylresorufin, Resorufin, Resorufinäthyläther und O-Acetylresorufin bestimmt. Um einen optimalen Reaktionsverlauf zu erzielen, ist es notwendig, die Äthanollösungen der angeführten Substanzen mit Chlorwasserstoffsäure anzusäuern und die angesäuerten Lösungen auf 65° C anzuwärmen. Schwefelsäure kann zum Ansäuern nicht verwendet werden. *Ausführung:* In ein Titrationsgefäß wird in inerter Atmosphäre ein bestimmtes Volumen

Tabelle

Verbindung	Vorhanden mg	Verbrauch an 10^{-3} m Ascorbinsäure ml	gefunden mg	Fehlergrenze %
Resazurin Na-Salz . .	1,26	5,08	1,27	0,78
	2,51	10,15	2,54	1,17
	3,77	15,1	3,79	0,52
	5,02	20,12	5,05	0,59
Resazurinäthyläther .	1,28	4,97	1,278	— 0,008
	2,57	9,95	2,56	— 0,39
	3,85	14,90	3,83	— 0,52
	5,14	19,83	5,09	— 0,97
O-Acetylresazurin . . .	1,29	4,95	1,283	— 0,54
	2,59	10,08	2,61	0,77
	3,88	14,94	3,87	— 0,28
	5,18	19,90	5,15	— 0,58
Resorufin	1,06	4,93	1,05	— 0,94
	2,13	9,90	2,11	— 0,93
	3,19	14,87	3,17	— 0,62
	4,26	20,10	4,28	0,46
Resorufinäthyläther . .	1,20	4,90	1,18	— 1,66
	2,41	9,92	2,39	— 0,83
	3,61	14,88	3,58	— 0,83
	4,82	19,94	4,80	— 0,41
O-Acetylresorufin . . .	1,27	5,06	1,29	1,56
	2,55	9,95	2,54	— 0,39
	3,82	14,90	3,80	— 0,52
	5,10	19,82	5,05	— 0,98

einer äthanolischen Lösung der zu untersuchenden Substanz eingefüllt, ein gleiches Volumen 4 n Salzsäure hinzugefügt, die Lösung unter stetem Durchleiten von CO_2 auf 65° C gebracht und mit einer 10^{-3} m Ascorbinsäurelösung titriert.

Es wurde eine gute Stabilisierung erzielt, die um den Äquivalenzpunkt herum 1—2 min dauerte. Die Inflexionspotentiale liegen bei Resazurin um 250 mV, bei Resazurinäthyläther um 293 mV und bei O-Acetylresazurin um 277 mV; bei Resorufin um 248 mV, bei Resorufinäthyläther um 255 mV, bei O-Acetylresorufin um 266 mV, gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode. Die Tabelle veranschaulicht die von uns ermittelten Meßwerte.

1 ml 10^{-3} m Ascorbinsäurelösung entspricht 0,251 mg Resazurin, 0,257 mg Resazurinäthyläther, 0,259 mg O-Acetylresazurin, 0,213 mg Resorufin, 0,241 mg Resorufinäthyläther und 0,255 mg O-Acetylresorufin.

Die Resazurin- und Resorufinderivate können quantitativ neben Gallocyanin bestimmt werden. Die Bestimmung wird durch 3-Aminophenoxazon-(2), 7-Amino-4-methylphenoxazon-(2), durch manche Oxazine wie z. B. Kresylblau, Nilblau und auch durch Thionin gestört. Azofarbstoffe wie Methylorange und Methylrot üben keinen störenden Einfluß bei der Bestimmung aus.

Zusammenfassung

Ascorbinsäure reduziert Resazurin, Resorufin und ihre Derivate in salzsaurer Lösung zu farblosen oder blaugrünen Leukoverbindungen. Bei der Durchführung im Reagensglas beträgt die Empfindlichkeit der Reaktion pD 5,8—6,0. Die Reaktion wird durch Gallocyanin, durch Aminooxazone und durch Azofarbstoffe gestört. Ähnlich reagieren die Oxazine, Thionin und Thionol. Bei einer Temperatur von 65° C verläuft die Reaktion im Medium von 4 n Salzsäure quantitativ. Die Reaktion ist potentiometrisch unter Anwendung einer blanken Platinelektrode als Indicator und einer Kalomelelektrode als Vergleichselektrode durchgeführt worden. Die Bestimmung kann neben Gallocyanin und Azofarbstoffen vorgenommen werden; sie wird durch Aminooxazone, Oxazine und Thionin gestört.

Literatur

[1] Doležal, J., u. P. Beran: Chem. Listy **48**, 618 (1954). — [2] Dušinský, G., u. Z. Gruntová: Potenciometrické titracie, SAV Bratislava 1956. — [3] Erdey, L., u. E. Bodor: Magyar Kémiai Folyóirat **56**, 277 (1950); vgl. diese Z. **133**, 266 (1951). — [4] Erdey, L., u. E. Bodor: diese Z. **136**, 109 (1952). — [5] Erdey, L., u. G. Svehla: diese Z. **150**, 407 (1956). — [6] Heller, G., W. Dietrich u. R. Reichardt: J. prakt. Chem. **118**, 139 (1928). — [7] Liebecq, C., u. M. Louis: Bull. Soc. Chim. biol. **39**, 1085 (1957). — [8] Nietzki, R., A. Dietze u. H. Mäckler: Ber. dtsch. chem. Ges. **22**, 3023 (1889). — [9] Ružička, E.: Chem. Listy **51**, 969 (1957); vgl. diese Z. **161**, 293 (1958). — [10] Simon, V., u. V. Grim: Chem. Listy **48**, 1774 (1954); vgl. diese Z. **148**, 229 (1955/56). — [11] Szarvas, P., u. A. Gergely: Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 316 (1957). — [12] Weselsky, P.: Liebigs Ann. Chem. **162**, 274 (1872).

Doz. Dr. Eduard Ružička, Chemisches Institut der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Palacký Universität, Olomouc, Křižkovského 10, Tschechoslowakei

Victoria College, Coochbehar, India

Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis

Part IX*

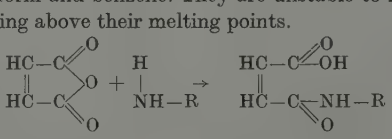
Analytical Reactions of Maleanilic Acids

By

SACHINDRA KUMAR DATTA

(Received April 6, 1959)

The analytical properties of maleanilic acids have not been studied by any worker before. In this paper, 18 maleanilic acids have been prepared from maleic anhydride and various aromatic amines and their analytical behaviour has been investigated. The amines used for the preparation of these acids are: aniline, o-chloroaniline, p-chloroaniline, 2:5-dichloroaniline, m-nitroaniline, p-nitroaniline, o-toluidine, p-toluidine, o-anisidine, p-anisidine, p-phenitidine, p-aminoacetanilide, 1-naphthylamine, 2-naphthylamine, o-phenylenediamine, m-phenylenediamine, benzidine and tolidine. The preparation of most of these acids are not found in the literature. The maleanilic acids are more insoluble in water than the corresponding phthalanilic acids[1], they are however soluble in alcohol, acetone, chloroform and benzene. They are unstable to heat and change to anils on heating above their melting points.



It was observed that most of these reagents produced precipitates with mercury(I), lead, cerium(IV), thorium and zirconium. But precipitations with thorium and zirconium were found to be more or less quantitative with most of the reagents. Iron(III) gave unstable coloured products with many and gold and platinum solutions were reduced.

Experimental

Preparation of Maleanilic Acids

Maleic anhydride (B. D. H. Reagent grade) was recrystallised from dry benzene. One molar quantity of maleic anhydride was dissolved in hot benzene, to this solution was mixed one molar quantity of the aromatic amine also dissolved in benzene, the total volume of the mixture was made up to 50 ml with benzene and then refluxed on water-bath from 20 minutes to 1 hour, when the anilic acid separated in the form of solid. Some anilic acids, e.g., those obtained from aniline, p-phenitidine, p-anisidine, formed rapidly in the cold with vigorous reaction; some

* Part VIII: See **Z. analyt. Chem. 163**, 403 (1958).

required only a few minutes' heating, e.g., anilic acids from ortho- and parachloroanilines and p-toluidine, etc, formed within 15—20 minutes, whereas very few required long heating, e.g., anilic acids from dichloroaniline and nitroanilines separated after heating for about one hour. In general, it was noticed that the maleanilic acids formed at a much quicker rate than the corresponding phthalanilic acids. The acids were filtered, washed with benzene and then recrystallised from benzene or alcohol. Almost all the acids possessed characteristic colours.

Reagents and Chemicals

Molar stock solution of soluble chlorides or nitrates of different metals (A.R.) were prepared for qualitative tests with the reagents. Buffer solutions of various p_H values were prepared by mixing different quantities of M hydrochloric acid and M sodium acetate solutions. 1% alcoholic (80%) solution of the reagents were prepared.

Properties of the Reagents

Most of the maleanilic acids possess characteristic colours. The acids are unstable to heat and decompose to the anils on heating above their melting points. They are practically insoluble in water but are soluble in alcohol, benzene, acetone and chloroform. They respond to Taffel's colour tests. The acids prepared have been listed in Table 1, with their properties.

Table 1. *Maleanilic Acids Prepared*
(Sp. denotes sparingly; h. w. hot water; alc = alcohol, sol = soluble)

Serial No.	Maleanilic acid from	Colour	M. P. °C	Taffel's colour tests (reagent-conc. H_2SO_4—$K_2Cr_2O_7$)		Solubility
				Cold	Warm	
1	2	3	4	5	6	7
M-1	Aniline	yellowish white	205	greenish grey	blue	sp. sol in water, sol in alc, acetone, benzene etc.
M-2	o-Cl-aniline	yellowish white	120	greenish blue	greenish blue	sp. sol in water, sol in alc, acetone, benzene, etc.
M-3	p-Cl-aniline	greenish white	198	red	red-brown	sp. sol in water sol in alc.
M-4	2:5-di-Cl-aniline	white	102	green	green	sp. sol in water, sol in alc, acet.
M-5	m-Nitraniline	cream	196	yellow	green	sp. sol in water, sol in alc, acetone.
M-6	p-Nitraniline	pale-yellow	194	reddish brown	greenish grey	sp. sol in water, sol in alc.
M-7	o-Toluidine	yellowish white	118	brown	bluish grey	sp. sol in water, sol in rect. spt.
M-8	p-Toluidine	pale-yellow	201 (decomp.)	yellow-green	grey	sp. sol in water, sol in alc.

Table 1 (continued)

Serial No.	Maleanilic acid from	Colour	M. P. °C	Taffel's colour tests (reagent-conc. H_2SO_4—$K_2Cr_2O_7$)		Solubility
				Cold	Warm	
1	2	3	4	5	6	7
M-9	o-Anisidine	greenish yellow	101	yellowish green	brown	more sol in water, sol in rect. spt.
M-10	p-Anisidine	greenish yellow	166	yellowish green	brown	sp. sol in water, sol in alc.
M-11	p-Phenitidine	canary yellow	191	reddish brown	green	decomp. in h.w., sol in acetone, alc.
M-12	p-Aminoacetanilide	yellow	129	green	green	sol in hot alc. very sp. sol in water.
M-13	1-Naphthylamine	light yellow	139 decomp.	red-brown	brown	insol in water, decomp. in b.w., sol in NH_4Ac., sol in rect. spt.
M-14	2-Naphthylamine	deep yellow	200 decomp.	red	brown	sp. sol in water, decomp. in b.w., highly sol in acetone, alc.
M-15	o-Phenylenediamine	orange	170	brown	brown	sol in h.w., sol in alc, acetone.
M-16	m-Phenylenediamine	dirty-yellow	192	yellowish green	yellow-green	sol in h.w., alc, acetone.
M-17	Benzidine	yellowish green	282 decomp.	green	bluish green	insol in water, alc, acetone; not a suitable reagent
M-18	Tolidine	deep yellow	152 decomp.	red-brown	greenish grey	very sp. sol in water, sol in alcohol.

Procedure for Qualitative Tests

To one ml of a solution of the metal were added two ml of buffer solution and to it two ml of the freshly prepared 1 p.c. alcoholic (80%) solution of the reagent were then added. Any change in colour or formation of any precipitate, either in the cold or in the hot, was noted. The filtered and washed precipitate was decomposed by heating with acids and the presence or absence of the particular metal ion was detected by known methods. To test for the completeness of precipitation, an excess of the reagent was used for precipitation and the filtrate after washing was tested for the presence of the cation.

The results have been placed in Table 2. The metals which did not respond to such tests have not been shown in the Table.

Table 2. *Reactions of Maleanilic Acids with Metals*

Serial No. of reagent	Metal ions	pH	Colour of ppt or solution	Nature of the ppt or colour
1	2	3	4	5
M-1	Hg^{I}	2.2	white ppt.	not quantitative, sol in acids
	Pb	2.2	white ppt.	not quantitative, sol in acids
	Fe^{II}	2.6	turbidity on boiling	—
	Fe^{III}	2.6	bluish black coln. on heating	—
	Th	3.2	white ppt with NH_4Ac in hot	almost quantitative
	Zr	3.7	No ppt in cold, turbidity on boiling	—
	Au	3.2	turbidity, reduction on boiling	—
	Ce^{IV}	3.2	turbidity	—
M-2	Hg^{I}	2.2	slight ppt	not quantitative
	Pb	2.2	slight ppt	not quantitative
	Th	3.5	white ppt with NH_4Ac in hot	almost quantitative, sol in excess of NH_4Ac
	Zr	3.5	white ppt with NH_4Ac in hot	almost quantitative, sol in excess of NH_4Ac
	Ce^{IV}	3.2	white ppt in hot	not quantitative
M-3	Hg^{I}	2.2	turbidity	—
	Pb	2.2	turbidity	—
	Fe^{III}	2.6	brown solution in hot	darkens on boiling
	Th	3.5	white ppt with NH_4Ac in hot	sp. sol in NH_4Ac in excess
	Zr	3.5	gelatinous white ppt with NH_4Ac	sp. sol in NH_4Ac in excess
	Ce^{IV}	3.2	turbidity	sp. sol in NH_4Ac in excess
M-4	Th	3.5	no ppt in cold or hot, voluminous ppt with NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	no ppt in cold or hot, gelatinous ppt with NH_4Ac	quantitative
	Ce^{IV}	3.2	white ppt with NH_4Ac	not quantitative
	Fe^{III}	2.6	brown soln in hot	greenish brown on boiling
M-5	Th	3.5	white ppt with NH_4Ac in hot	not quantitative
	Zr	3.5	gelatinous ppt with NH_4Ac on boiling	not quantitative
	Ce^{IV}	3.2	turbidity	—
	Au	3.2	rapid reduction	

Table 2 (continued)

Serial No. of reagent	Metal ions	pH	Colour of ppt or solution	Nature of the ppt or colour
1	2	3	4	5
M-6	Th	3.5	yellowish ppt with NH_4Ac	not quantitative
	Zr	3.5	turbidity	—
	Ce^{IV}	3.2	turbidity	—
	Au	3.2	slow reduction	—
M-7	Fe^{III}	2.6	greenish grey soln in hot	colour unstable
	Th	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Ce^{IV}	3.2	turbidity	—
	Au	3.2	reduction	—
M-8	Fe^{III}	2.6	red colouration on heating	colour unstable
	Th	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Ce^{IV}	3.2	turbidity	—
	Au	3.2	reduction	—
M-9	Fe^{II}	2.6	turbidity	—
	Fe^{III}	2.6	red coln on warming, grey ppt on boiling	—
	Th	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Au	3.2	reduction in cold	—
M-10	Fe^{III}	2.6	violet coln. in cold, deeper on boiling	unstable
	Th	3.5	cream powdery ppt in NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	white ppt in NH_4Ac	quantitative
	Au	3.2	reduction in cold	—
M-11	Fe^{III}	2.6	bright pink on warming, brown on boiling.	not stable
	Th	3.5	white granular ppt with alcohol and acetone soln.	not quantitative
	Zr	3.5	white granular ppt with alcohol and acetone soln.	not quantitative
M-12	Fe^{III}	2.6	pink on standing	fairly stable
	Th	3.5	no ppt	—
	Zr	3.5	no ppt	—
	Au	3.2	red on standing, reduction on boiling	unstable

Table 2 (continued)

Serial No. of reagent	Metal ions	pH	Colour of ppt or solution	Nature of the ppt or colour
1	2	3	4	5
M-13	Fe^{III}	2.6	dirty blue coln on boiling	—
	Th	3.5	white voluminous ppt in NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	white voluminous ppt in NH_4Ac	quantitative
	Hg^{I}	2.2	grey ppt	not quantitative
	Pb	2.2	white ppt	not quantitative
M-14	Fe^{III}	2.6	no change in cold, greyish blue coln on heating	—
	Th	3.5	white ppt in hot in presence of NH_4Ac	quantitative, sol in excess of NH_4Ac
	Zr	3.5	white ppt in hot in presence of NH_4Ac	quantitative, sol in excess of NH_4Ac
	Hg^{I}	2.2	grey ppt	not quantitative
	Pb	2.2	white ppt	not quantitative
M-15	Hg^{I}	2.2	turbidity on boiling	—
	Pb	2.2	white ppt	not quantitative
	Th	3.5	no ppt, slight turbidity with NH_4Ac	—
	Zr	3.5	no ppt, turbidity with NH_4Ac	—
	Fe^{III}	2.6	deep brown colour on boiling	—
	Pd	3.2	pale red colour on boiling	unstable, turns turbid
	Pt	3.2	pinkish turbidity on heating	—
	Au	3.2	greenish grey coln	unstable
M-16	Hg^{I}	2.2	white ppt in cold	not quantitative
	Pb	2.2	white ppt in cold	not quantitative
	Fe^{III}	2.6	deep red brown coln on boiling	unstable
	Th	3.5	no ppt in cold or hot, voluminous ppt in NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	no ppt in cold, turbidity on boiling, white ppt with NH_4Ac	quantitative
	Pt	3.2	pinkish turbidity on boiling	—
	Au	3.2	immediate reduction in cold	—

Table 2 (continued)

Serial No. of reagent	Metal ions	pH	colour of ppt or solution	Nature of the ppt or colour
1	2	3	4	5
M-17	Hg^{I}	2.2	yellowish white ppt	not quantitative
	Hg^{II}	2.2	turbidity in hot	—
	Pb	2.2	yellowish white ppt	not quantitative
	Fe^{III}	2.6	greenish brown ppt	not quantitative
	Th	3.5	cream ppt, more with NH_4Ac	quantitative
	Zr	3.5	cream ppt, more with NH_4Ac	quantitative
	Pt	3.2	brown turbidity	—
	Au	3.2	immediate reduction in cold.	—

Summary

Eighteen anilic acids have been prepared from maleic anhydride and various aromatic amines and their properties and analytical reactions with various metal ions have been studied. The acid prepared from benzidine was insoluble in all common solvents and, hence, its application could not be studied. Most of these reagents, except those obtained from aniline, o- and p-chloroanilines, nitranilines, p-amino-acetanilide and o-phenylenediamine, produced more or less quantitative precipitations with both thorium and zirconium. Their actions towards thorium and zirconium were very much alike. They also gave precipitations with mercury(I), lead and cerium(IV), but such precipitations were not complete. Ferrous iron showed greyish turbidity with most of the reagents, but ferric iron produced colourations varying from brown to violet, such colours were, however, found to be unstable either on standing for a while or on heating. Gold and platinum underwent reduction in presence of these reagents.

The work has been carried out in the chemical laboratories of Darjeeling Government College, Darjeeling. The author is grateful to the authorities of the College for the laboratory facilities.

References

[1] Datta, S. K.: Z. analyt. Chem. **148**, 259 (1955).

Sachindra Kumar Datta, Chemical Laboratory, Victoria College, Coochbehar, India

Aus dem II. Chemischen Institut der Universität Wien

Gaschromatographische Untersuchung des Azotometergases, das bei der Stickstoffbestimmung nach Dumas entsteht

Von
Gerald Kainz und Franz Kasler

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 17. April 1959)

Bei der Ausarbeitung der Mikro-Stickstoffbestimmung stellte Pregl[5] fest, daß man viel zu hohe Stickstoffwerte erhält, wenn man die organische Probe schnell verbrennt. Dieser Fehler betrug etwa 8% des angefallenen Stickstoffvolumens. Hingegen war der Fehler unbeträchtlich oder null, wenn die Probe ganz langsam und gleichmäßig vergast wurde.

In der Folge zeigte sich, daß diese langsame Vergasung bei gewissen Verbindungen besonders sorgfältig eingehalten werden muß: so z.B. bei N-Derivaten von langkettigen Fettsäuren, bei N-Derivaten von Sterinen sowie bei der Bestimmung von Stickstoffspuren in Erdölproben; sonst erhält man zu hohe Werte.

Zur Erklärung der erwähnten positiven Fehler nahm Pregl an, daß die organische Probe bei schneller Vergasung nur unvollständig verbrennt, wobei hauptsächlich Kohlenmonoxyd sowie andere, nicht identifizierte Gase entstehen. Das erhaltene Gasgemisch brannte nämlich mit blauer Flamme und gab mit verdünnter Blutlösung den Spektralnachweis von Carboxyhämoglobin.

In der vorliegenden Arbeit stellten wir uns die Aufgabe, das Azotometergas, das bei zu schneller Verbrennung erhalten wurde, mit den modernen Methoden der Gasanalyse zu analysieren und auf Einheitlichkeit zu überprüfen. Außerdem wollten wir die Bedingungen ermitteln, bei denen mit dem Auftreten von Fremdgasen zu rechnen ist, um sie bei der Analyse umso sicherer vermeiden zu können.

Zur Untersuchung des Azotometergases benützten wir die Gaschromatographie in der Ausführungsweise nach Janák[1]. Die Auftrennung in einzelne Komponenten erfolgte an Aktivkohle; als mobile Phase diente Kohlendioxyd. Die einzelnen Komponenten wurden in einem Azotometer über Kalilauge aufgefangen, wobei das Trägergas gleichzeitig absorbiert wurde.

Als erstes analysierten wir das Gas, das sich bei schneller Verbrennung von Stearinsäureamid bildete und das nur aus Stickstoff bestehen sollte.

Bei der gaschromatographischen Auftrennung erhielten wir zwei Hauptfraktionen. Die dazugehörigen Retentionszeiten zeigten Stickstoff und Methan an. Um diesen Befund weiter zu erhärten, führten wir von der 2. Fraktion (Methan) eine Mikrogasanalyse nach SUTTON[6] durch. Wir mischten Sauerstoff zu und verbrannten das Gemisch. Die bei der Verbrennung erhaltenen Daten (Kohlendioxydmenge, Sauerstoffverbrauch und Volumskontraktion) stimmten gut auf Methan, so daß dieser Befund bestätigt erscheint. Ob neben den Hauptmengen (Stickstoff und Methan) in geringer Menge noch andere Gase vorlagen, konnte angesichts der geringen Gasmengen nicht sicher entschieden werden. Mit Sicherheit kann man aber Kohlenmonoxyd, das man bisher für zu hohe Resultate verantwortlich machte, als Hauptmenge ausschließen.

Unser Befund, daß Methan im Azotometergas der Dumas-Bestimmung auftritt, wenn man zu schnell verbrennt, mag vielleicht anfangs überraschen. Von der Gasanalyse her ist aber bekannt, daß Methan von allen gasförmigen Kohlenwasserstoffen am schwersten verbrennt: erst um etwa 600°—700°C wird es von Kupferoxyd mit brauchbarer Geschwindigkeit oxydiert. Andere Kohlenwasserstoffe, wie Äthan und Propan, verbrennen bereits bei tieferen Temperaturen. Kohlenmonoxyd ist nach den Erfahrungen der Gasanalyse schon bei 300°C quantitativ in Kohlendioxyd überführbar und scheidet damit von vornherein als resistentes Gas aus.

Dieser Befund macht nun auch die Vorschrift von PREGL, langsam zu vergasen, besser verständlich: nach den Untersuchungen von PIETERS[4] darf man Methan nur ganz langsam über Kupferoxyd leiten, wenn man bei 700°C eine quantitative Oxydation erreichen will.

In der Folge interessierte uns, wie groß die Methanmengen unter verschiedenen Bedingungen sein konnten. Hierzu variierten wir die Verbrennungstemperatur zwischen 500° und 900°C. Um reproduzierbare Verhältnisse zu haben, wurde die Verbrennung *mit einem Automaten* durchgeführt. Der bewegliche Brenner wurde von einem Motor gleichmäßig binnen 6 min über die temporäre Rohrfüllung hinwegbewegt; die Geschwindigkeit des Kohlendioxydstroms betrug 2 ml/min.

Zur Untersuchung wählten wir N-freie Verbindungen, die also kein Azotometergas geben durften. In Abb. 1 sind die Fremdgasmengen dargestellt, die bei der Verbrennung von Paraffin, Cholestenon, Anissäure und Phenanthren entstanden.

Wir sehen, daß bei 500° und 600°C überaus reichliche Fremdgasmengen gebildet werden, wobei Paraffin und Cholestenon die größten Gasmengen aufweisen. Phenantren gibt selbst bei 500°C keine nennenswerte Gasmenge. Die Analyse des Fremdgases zeigte, daß bei allen genannten Verbindungen fast reines Methan entsteht.

Bei der von PREGL empfohlenen Arbeitstemperatur von 700°C treten unter den Bedingungen der *automatischen* Verbrennung bis zu 70 μl

Methan auf. Dies würde bei der gewählten Einwaage 1,9% Stickstoff vortäuschen. Verbrennt man aber *manuell* nach PREGL, so erhält man bei 700°C bei allen genannten Verbindungen Gasmengen unter 10 μl; der Fehler liegt dann unter 0,3% absolut. Daraus folgt, daß die heute vielfach übliche automatische Verbrennung in keiner Weise die individuelle Verbrennung von PREGL nachahmen kann.

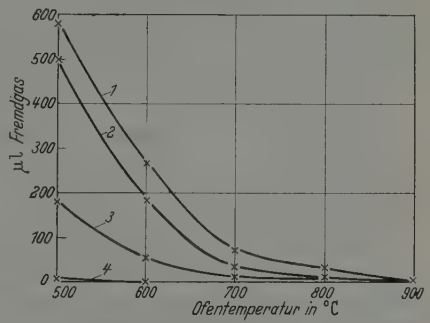


Abb. 1. Fremdgasmengen im Azotometer bei verschiedenen Verbrennungstemperaturen. *1* Paraffin; *2* Cholestenon; *3* Anissäure; *4* Phenantren. (Einwaage: 4 mg)

Bei 800°C werden die Fremdgasmengen schon gering und verschwinden bei 900°C vollkommen. Wir können daraus schließen, daß die automatische Verbrennung mit gleichmäßigem Brennervorschub nur dann exakt anwendbar ist, wenn die Temperatur des Kupferoxyds mindestens 850°—900°C beträgt. Dies steht in Übereinstimmung mit den Bedingungen, die seinerzeit KIRSTEN[3] gefordert hat. Diese Feststellung gilt allerdings nur für Einwaagen bis zu 20 mg. Bei größeren Einwaagen, wie sie z. B. bei der Bestimmung von Stickstoffspuren in Erdöl nötig sind, erhält man auch bei 900°C beachtliche Mengen Methan, wodurch die Analyse unbrauchbar wird.

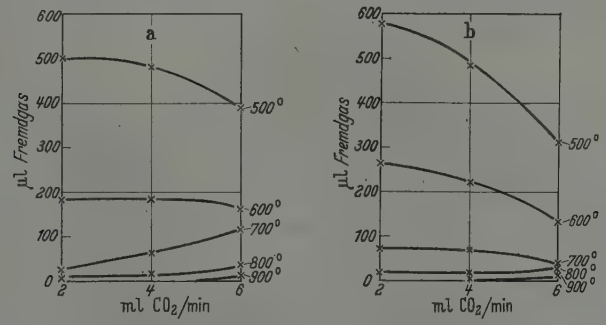


Abb. 2. Abhängigkeit der Fremdgasmenge von der Strömungsgeschwindigkeit. a Cholestenon; b Paraffin

Von Interesse ist ferner, wie sich die Menge des Fremdgases ändert, wenn man während der Vergasung der Probe verschieden schnell Kohlendioxyd durch die Apparatur leitet. Die Ergebnisse sind in Abb. 2 wiedergegeben.

Die Abbildung zeigt, daß die Abhängigkeit je nach der Temperatur der Rohrfüllung verschieden ist. Bei Cholestenon (Abb. 2a) nimmt die Methanmenge unterhalb 650° C mit steigender Strömungsgeschwindigkeit ab. Da nicht anzunehmen ist, daß Methan bei schnellerem Durchleiten besser verbrennt, so muß man schließen, daß in diesem Falle die organische Verbindung unvollständig zersetzt wird. Oberhalb 650° C steigt hingegen die Methanmenge bei Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit an. Dies bedeutet, daß bei dieser Temperatur der oxydative und thermische Abbau der Substanz zwar weitgehend verläuft, daß aber das resistenteste Bruchstück, nämlich Methan, teilweise übrig bleibt. Bei 900° C ist selbst bei schnellem Gasstrom nur mehr sehr wenig Methan nachweisbar.

Ähnliche Verhältnisse findet man auch bei der Verbrennung von Paraffin (Abb. 2b). Allerdings erweist sich Paraffin als noch resistenter wie Cholestenon. Besonders deutlich ist dies bei 500° C ersichtlich, wo die Methanmenge mit steigender Strömungsgeschwindigkeit besonders stark abnimmt.

Diese Versuche zeigen, daß zur quantitativen Oxydation einer organischen Substanz eine gewisse Kontaktzeit mit der Rohrfüllung nötig ist. Ist diese Kontaktzeit zu kurz, dann verbrennt die Probe nur unvollständig und wir finden im Azotometergas eines der stabilsten Zersetzungsprodukte organischer Verbindungen, nämlich Methan. Unsere Versuche haben auch vor Augen geführt, daß die heute vielfach übliche Automatik bei 700° C nicht die nötige Kontaktzeit mit der Rohrfüllung gewährleistet. Lediglich die manuelle Technik von Pregl löst diese Aufgabe. Um bei der automatischen Verbrennung eine quantitative Oxydation der Probe zu erreichen, muß die Temperatur der Rohrfüllung von 700° C auf mindestens 850° C erhöht werden.

Experimenteller Teil

Verbrennungsapparatur. Es wurde ein Verbrennungsautomat benützt, bei dem sich der bewegliche Brenner mit einer Geschwindigkeit von 10 mm/min vorwärts bewegte. Das Verbrennungsrohr war mit Kupferoxyd (Korngröße 0,5 bis 0,8 mm) gefüllt. Endständig befand sich eine Kupferschicht, die auf 500° C erhitzt wurde. Die Kupferoxydschicht wurde, wie in den Abb. 1 und 2 angegeben, wahlweise auf Temperaturen zwischen 500° und 900° C erhitzt. Während der Vergasung wurde Kohlendioxyd im Tempo von 2 ml/min hindurchgeleitet. Bei den Versuchen der Abb. 2 wurde die Geschwindigkeit auch auf 4 und 6 ml/min erhöht. Das entwickelte Gas wurde in einem Azotometer aufgefangen. Um das Azotometer auch an den Gaschromatographen anschließen zu können, war oberhalb des Azotometerhahns ein kugelförmiges Ansatzstück angeschmolzen, in das mit einem Gummistopfen ein Ein- und Ableitrohr eingesetzt wurde (vgl. Kainz u. Huber[2]).

Gaschromatograph. Dieser bestand aus einem Kohlendioxydentwickler mit Überdruckventil (60 mm Hg), einem Trennrohr von 6 m Länge und einem Azotometer zur Aufnahme der aufgetrennten Gasfraktionen. Das Trennrohr war mit Aktivkohle beschickt. Zwischen Kohlendioxydentwickler und Trennrohr wurde das Azotometer der Dumas-Apparatur geschaltet, in dem sich das zu analysierende Gas befand.

Arbeitsweise. Die organische Substanz (Einwaage etwa 4 mg) wurde bei verschiedenen Temperaturen (500°—900°C) mit dem automatischen Brennervorschub vergast. Hierauf wurde das Azotometer mit dem Gaschromatographen verbunden und die Chromatographieapparatur mit Kohlendioxyd ausgespült. Dann wurde der Hahn des Azotometers geöffnet und das Azotometergas in die Kolonne gedrückt. Die Retentionszeit für Stickstoff betrug 350 sec, für Methan 530 sec. Die Retentionszeiten waren auf 10 sec reproduzierbar. Zum Vergleich wurden auch die Retentionszeiten von reinem Stickstoff und reinem Methan ermittelt, die mit obigen Werten gut übereinstimmten.

Zusammenfassung

Mit Hilfe der Gaschromatographie ist das Azotometergas der Dumas-Bestimmung untersucht worden. Neben Stickstoff (bei N-haltigen Substanzen) ist als Fremdgas Methan gefunden worden. Die Methanmenge hängt in entscheidendem Maße von der Ofentemperatur und von der Vergasungsgeschwindigkeit ab. Zur Bildung von Methan neigen vor allem die Sterine sowie die aliphatischen Kohlenwasserstoffe. Bei 700°C führt nur die individuelle Verbrennung nach Pregl zu einem praktisch methanfreien Azotometergas. Hingegen werden bei der heute vielfach üblichen automatischen Verbrennung bei 700°C noch beachtliche Methanmengen erhalten. Erst bei 850°—900°C ist das Azotometergas auch bei automatischer Verbrennung methanfrei.

Literatur

[1] Janák, J.: vgl. diese Z. **142**, 453, 454 (1954); **143**, 442 (1954). — [2] Kainz, G., u. H. Huber: Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 51. — [3] Kirsten, W.: Analyt. Chemistry **19**, 925 (1947); vgl. diese Z. **137**, 43 (1952/53). — [4] Pieters, H. A. J.: diese Z. **89**, 41 (1932). — [5] Pregl, F.: Die quantitative organische Mikroanalyse. 3. Auflage. Springer-Verlag Berlin, 1930. S. 91. — [6] Sutton, T. C.: J. sci. Instruments **15**, 133 (1938).

Doz. Dr. Gerald Kainz, II. Chem. Institut d. Universität, Wien IX., Währingerstr. 38 (Österreich)

Aus dem chemischen Laboratorium der Versuchsanstalt der Metallwerke Plansee Aktiengesellschaft Reutte/Tirol

Zur komplexometrischen Titration von Molybdän

II. Mitteilung

Von

E. Lassner und R. Scharf

(Eingegangen am 20. April 1959)

Im ersten Teil dieser Arbeit[1] berichteten wir über die Titration von Molybdän mit ÄDTA unter Verwendung von 0,05 m Lösungen. Die Versuche wurden mit reinen Lösungen durchgeführt. Ferner konnte gezeigt werden, daß die Bestimmung durch Anwesenheit von Wolfram nicht gestört wird.

Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist es, einerseits die Anwendbarkeit der Methode im Mikrobereich zu überprüfen, andererseits zu untersuchen, inwieweit Fremdionen die Bestimmung stören und durch welche Maskierungsmittel etwaige Störungen behoben werden können. Anschließend soll an Hand einiger Analysen verschiedener Legierungen die Anwendbarkeit der Methode in der Praxis demonstriert werden.

1. Die Titration von Milligrammengen Molybdän unter Verwendung von 0,005 m Lösungen

Es können im wesentlichen die Arbeitsvorschriften der Mikrotitration (siehe erste Mitteilung) beibehalten werden. Lediglich der Zusatz von Alkohol vor der Titration erweist sich hier als ungünstig. Bei Gegenwart von Alkohol ist nämlich der Farbumschlag am Titrationsendpunkt schleppend und schlecht erkennbar. Titriert man jedoch in rein wäßriger, siedend heißer Lösung, so kann der Endpunkt auf einen Tropfen genau festgelegt werden. Wie üblich gelingt es, die durch den Tropfenfehler begrenzte Genauigkeit ($\pm$ 0,03 mg Mo) durch „Pendeln" auf $\pm$ 0,02 mg Mo zu verbessern.

Tab. 1 zeigt eine Reihe von Ergebnissen, die nach der unten angegebenen Arbeitsvorschrift erhalten worden sind. Wie ersichtlich, führt die Anwesenheit von Wolfram auch bei 400fachem Überschuß zu keiner Vergrößerung des Fehlers.

Arbeitsvorschrift

Die annähernd neutrale Probelösung mit 0,5—5 mg Mo wird mit einem gemessenen Überschuß 0,005 m ÄDTA-Lösung, etwa 3 g Weinsäure, 3 g Hydrazinsulfat und 2,5 ml Schwefelsäure (1:1) versetzt. Man verdünnt mit Wasser auf 100—150 ml, erhitzt zum Sieden und kocht weitere 5 min. Sodann bringt man durch Zugabe

Tabelle 1. *Titrationsergebnisse bei Verwendung von 0,005 m Lösungen*

Mo gegeben		W zugesetzt	Milliliter ÄDTA-Lösung		Milligramme Mo	
ml	mg	mg	ber.	gef.	gef.	Diff.
1,00	0,48	—	0,50	0,51	0,49	+ 0,01
2,00	0,96	—	1,00	1,02	0,98	+ 0,02
3,00	1,44	—	1,50	1,49	1,43	— 0,01
5,00	2,40	—	2,50	2,50	2,40	0,00
7,00	3,36	—	3,50	3,49	3,35	— 0,01
1,00	0,48	200	0,50	0,50	0,48	0,00
1,99	0,96	100	0,995	0,98	0,94	— 0,02
5,00	2,40	500	2,50	2,52	2,42	+ 0,02

von Ammoniak auf p_H 4,5—5 (Merck-Spezial-Indicatorpapier), setzt 4 Tropfen PAN-Indicatorlösung (0,1%ige alkoholische Lösung) zu, titriert mit 0,005 m Kupferlösung auf stark Rot und mit ÄDTA-Lösung auf Reingelb (mehrmalige Endpunktseinstellung und Mitteln der Ergebnisse zu Verkleinerung des Fehlers!).

Berechnung: (ml 0,005 m ÄDTA-Lösung — ml 0,005 ml Cu-Lösung) · 0,9595 = mg Mo.

2. Einfluß von Fremdionen (Verwendung von 0,05 m Lösungen)

Anionen

Die Anionen Chlorid, Sulfat, Nitrat, Phosphat, Acetat, Tartrat und Citrat bewirken auch in hohen Konzentrationen keinerlei Störungen.

Fluorid verhindert die vollständige Reduktion des Molybdäns zur fünfwertigen Stufe. Zusatz von Fluorid nach erfolgter Reduktion stört nicht.

Kationen

Alkali- und Erdalkalimetalle sowie Mangan zeigen keinerlei Einfluß.

Titan, Niob, Tantal und — wie bereits früher erwähnt, — Wolfram, können mit Weinsäure maskiert werden. Thorium, Aluminium, Cer, Lanthan und Uran lassen sich mit Fluorid maskieren. Man verfährt anfangs nach der früher angegebenen Arbeitsvorschrift[1] und setzt nach der Einstellung des Titrations-p_H-Wertes einen Überschuß an Ammoniumfluorid zu.

Auch Zirkonium ist durch Fluorid maskierbar. Es ist jedoch wichtig, den ÄDTA-Überschuß so groß zu wählen, daß sowohl Mo als auch Zr quantitativ als ÄDTA-Komplexe vorliegen, was bei den oben erwähnten Ionen nicht der Fall zu sein braucht. Ist nicht alles Zirkonium an ÄDTA gebunden, so wird Molybdän während der p_H-Einstellung aus dem ÄDTA-Komplex verdrängt (hohe Stabilität des Zirkonium-ÄDTA-Chelats), das freie Molybdän(V) wird oxydiert und dadurch der Bestimmung entzogen. Dieser Umstand bringt es mit sich, daß man nach der Ammoniumfluoridzugabe einen vom Zirkoniumgehalt der Lösung abhängigen

Tabelle 2. *Titrationsergebnisse bei Anwesenheit verschiedener Kationen*

Milligramm Mo		Diff.	zugesetzt	Maskierungsmittel
gegeben	gefunden		mg	
9,60	9,64	+ 0,04	40 Ti	Weinsäure
20,28	20,38	+ 0,10	200 Ta	Weinsäure
20,28	20,24	— 0,04	100 Nb	Weinsäure
9,60	9,60	0,00	100 Th	Fluorid
9,60	9,60	0,00	200 Al	Fluorid
9,60	9,55	— 0,05	70 Ce	Fluorid
9,60*	9,50	— 0,10	100 U	Fluorid

* Bei der Reduktion uranhaltiger Lösungen muß die Acidität geringer gehalten werden. Der Zusatz von Schwefelsäure (1:1) darf 1 ml nicht überschreiten.

ÄDTA-Überschuß mit Kupferlösung zurückzumessen hat. Ist der Zirkoniumgehalt und damit der ÄDTA-Überschuß groß, so vermindert dies die Genauigkeit, da durch die starke Eigenfarbe des entstehenden Kupferkomplexonats der Farbumschlag undeutlich wird.

Die Elemente Wismut, Cadmium, Zink, Kobalt, Nickel, Kupfer, Quecksilber, Vanadium, Chrom und Blei stören die Bestimmung, da sie im betreffenden p_H-Bereich stabile Komplexonate bilden, die weder mit Weinsäure noch mit Fluorid maskierbar sind und daher mittitriert werden. In manchen dieser Fälle kann man durch zwei Titrationen den Molybdängehalt ermitteln:

1. Titration ohne Zusatz von Hydrazinsulfat (erfaßt alle titrierbaren Ionen außer Molybdän);

2. Titration mit Zusatz von Hydrazinsulfat (ergibt die Summe aller titrierbaren Ionen + Molybdän).

Eisen wirkt störend, da es durch Hydrazin reduziert wird und bei der Titration das Kupfer zur einwertigen Stufe reduziert. Zinn stört ebenfalls, da es eine vollständige Reduktion des Molybdäns verhindert.

Tab. 2 zeigt einige Titrationsergebnisse bei Anwesenheit von Metallkationen, die sich durch Weinsäure bzw. Fluorid maskieren lassen.

3. Arbeitsvorschriften zur Analyse von Mo-W- und Mo-Ta-Legierungen

a) Mo-W-Legierungen. 2 g Einwaage werden in der Platinschale mit Fluß- und Salpetersäure in Lösung gebracht, die Lösung wird anschließend zur Trockne eingedampft. Den Rückstand schließt man mit Kaliumhydrogensulfat auf, löst den erkalteten Schmelzkuchen in Wasser, fügt Natronlauge zu, bis die ausgeschiedene Wolframsäure gelöst ist, überführt in einen 500 ml-Meßkolben und füllt zur Marke auf.

Tabelle 3. *Ergebnisse bei Mo-Legierungen*

Material	Prozente Mo	
	gegeben	gefunden
W-Mo-Leg. (10% W)	90,0	90,5
W-Mo-Leg. (45% W)	53,4	53,6
Mo-Ta-Leg. (50% Ta)	50,0	50,1

b) Mo-Ta-Legierungen. 0,5 g werden anfangs wie oben behandelt. Nach dem Aufschluß löst man in 50 ml 40%iger Weinsäurelösung und füllt im Meßkolben auf 500 ml auf.

Nach Entnahme eines aliquoten Teiles, enthaltend 10—20 mg Molybdän, verfährt man nach der früher angegebenen Vorschrift[1] weiter. Bei Ta-haltigen Lösungen braucht kein weiterer Weinsäurezusatz zu erfolgen.

Tab. 3 zeigt einige nach obiger Arbeitsvorschrift erhaltene Resultate.

Zusammenfassung

Es wird gezeigt, daß die komplexometrische Molybdän(V)-bestimmung, über die wir kürzlich berichteten, auch im Mikrobereich bei Verwendung von 0,005 m Maßlösungen durchführbar ist. Der Fehler beträgt bei mehrfacher Endpunktseinstellung $\pm$ 0,02 mg Mo.

Im weiteren wird über den Einfluß von Fremdionen berichtet. Cl^-, SO_4^{2-}, NO_3^-, PO_4^{3-}, Acetat, Tartrat, Citrat, Alkalien, Erdalkalien und Mn^{2+} stören nicht. Durch Zusatz von Weinsäure und Fluorid können Ti^{4+}, Nb^{5+}, Ta^{5+}, W^{6+}, Th^{4+}, Al^{3+}, Ce^{3+}, La^{3+} und U^{4+} maskiert werden.

Die Ionen Bi^{3+}, Cd^{2+}, Zn^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cu^{2+}, Hg^{2+}, V^{4+}, Cr^{3+} und Pb^{2+} stören durch Komplexbildung mit ÄDTA. Fe^{2+} stört durch Reduktion des Kupfers.

Abschließend wird an Hand einiger Analysen von Molybdänlegierungen die Anwendbarkeit der Methode in der Praxis gezeigt. Der dabei auftretende Fehler beträgt maximal $\pm$ 0,5 Relativprozent.

Literatur

[1] Lassner, E., u. R. Scharf: diese Z. **167**, 114 (1959).

Dipl.-Ing. Dr. techn. Erik Lassner, Metallwerk Plansee AG., Reutte/Tirol (Österreich)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

III. Analyse organischer Stoffe

1. Elementaranalyse

Betrachtungen über die quantitative organische Mikroanalyse hat J. A. Kuck[1] angestellt (32 Literaturhinweise). Trotz vieler moderner physikalischer Methoden (Spektroskopie, Kerntechniken, Rückstrahlung von β-Teilchen, Gasphasenchromatographie) hat sich die klassische Form der Mikroanalyse, wie sie von Pregl entwickelt worden ist, nach wie vor am besten bewährt. Der Anwendungsbereich der einzelnen Methoden wird diskutiert; es wird ein Ausblick auf die zukünftige Entwicklung der organischen Mikroanalyse gegeben.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1552—1556 (1958). Amer. Cyanamid Co., Stamford, Conn. (USA). K. Machner

Zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff nach der „kurzen" Verbrennungsmethode, wie sie von G. Ingram[1] veröffentlicht worden ist, empfiehlt W. M. Hazenberg[2] ein neues horizontales Verbrennungsrohr (Abb. 1), bei dem die

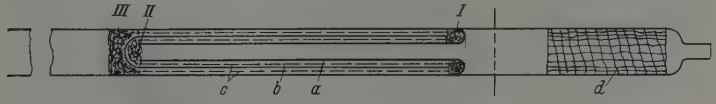


Abb. 1. Verbrennungsrohr nach Hazenberg

eigentliche Verbrennungszone wesentlich länger ist. Das Rohr hat die üblichen Abmessungen (normale Länge, innerer ⌀ 11 mm, äußerer ⌀ 13,5 mm), enthält jedoch 2 kleinere Röhrchen *a* und *b* (Länge jeweils 12 cm, innere ⌀ 4 bzw. 7 mm, äußere ⌀ 5,5 bzw. 9 mm), die durch eine Zwischenschicht aus unzusammenhängenden 0,01 mm starken Platinplättchen (*c*) voneinander und vom Verbrennungsrohr getrennt sind. „Bremspfropfe" aus Quarzwolle (*I*, *II*, *III*) haben die Aufgabe, Kohleteilchen, die bei explosionsartiger Verbrennung der Probe im Sauerstoffstrom (50 ml/min) mitgerissen werden, zurückzuhalten, und somit eine vollständige Verbrennung zu gewährleisten. Zur Absorption der Schwefeloxyde und Halogene wird „elektrolytische" Silberwolle (*d*) verwendet, die möglichst nahe am Ausgang des Verbrennungsrohres anzuordnen ist. Das mit Mangandioxyd gefüllte Absorptionsgefäß für Stickstoffoxyde (Abb. 2) wird zwischen die Absorptionsröhrchen für

Wasser und Kohlendioxyd geschaltet. Dabei handelt es sich um Pregl-Röhrchen (Capillardurchmesser 0,3 ± 0,01 mm), die mit Anhydron (zur H_2O-Absorption) bzw. Ascarit oder Caroxyt und Anhydron (zur CO_2-Absorption) gefüllt werden. Das beschriebene Verbrennungs- und Absorptionssystem eignet sich auch für die Bestimmung von Wasserstoff und Kohlenstoff im Halbmikromaßstab.

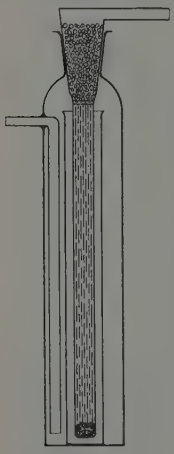


Abb. 2. Absorptionsgefäß nach Hazenberg

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 877; vgl. diese Z. **153**, 283 (1956). — [2] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 709—712. Univ. Groningen (Niederlande). K. Machner

Eine verbesserte Methode zur Mikrobestimmung von Wasserstoff und Kohlenstoff nach J. Körbl[1] hat E. Pella[2] auf Grund eingehender Untersuchungen über die Ursachen der dabei auftretenden Blindwerte ausgearbeitet. Um diese Blindwerte zu beseitigen, sollten strenge Analysenbedingungen eingehalten werden. Man muß vor allem die positiven, von thermischen Effekten (Erwärmung des Röhrchens und höhere Ausgangstemperatur der Verbrennungsgase) verursachten Gewichtsveränderungen des Anhydronröhrchens und den Einfluß der Raumluft vollständig ausschalten. Im einzelnen sollte folgendes beachtet werden: Übermäßig langes Erwärmen des Anhydronröhrchens ist zu vermeiden, daher sollte der elektrische Heizkörper besser nicht die von Körbl vorgeschlagene Form besitzen, sondern nach Durchgang von 120 ml Sauerstoff (also vor Beendigung der Analyse) auszuschalten sein. Um das Eindringen von Luftfeuchtigkeit in das Röhrchen während des Wägens zu verhindern, müssen die Eintrittscapillaren mit Hilfe von Platin- oder Nickelchromdrähten von entsprechendem Durchmesser verschlossen werden (diese Maßnahme verringert den Wasserblindwert um etwa 40 μg). Wasserkondensation in der Eintrittscapillare des Anhydronröhrchens ist unbedingt zu verhindern; außerdem ist es notwendig, im Röhrchen selbst Glaswolle anstatt Baumwolle zu verwenden. Das Auswechseln und Vorschieben des Platinschiffchens sollte nach den ausführlichen Anweisungen von W. Zimmermann[3] vorgenommen werden, um dem Eintritt von Luftfeuchtigkeit in das Verbrennungsrohr zu begegnen (durch das magnetische Vorschieben des Schiffchens werden auch die Kohlendioxydblindwerte deutlich verbessert). Außerdem muß noch auf eine ausreichende thermische Isolierung der Absorptionsmittel, die zur Vorreinigung des Sauerstoffs dienen, geachtet werden, das Anhydron muß porös, leicht und nicht in Form kompakter und schwerer Körnchen vorliegen und die Verbindungsschläuche sollten aus wärmebeständigem Silicongummi hergestellt sein. Auf diese Weise ist es möglich, unter idealen Wägungsbedingungen eine Genauigkeit von $\pm 0{,}1\%$ sowohl für den Kohlenstoff als auch für den Wasserstoff zu erreichen.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1705; vgl. diese Z. **157**, 34 (1957). — Körbl, J., u. K. Blabolil: Collect. czechoslov. chem. Commun. **21**, 318 (1956); vgl. diese Z. **153**, 283 (1956). — [2] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 687—695. Inst. Carlo Erba Ric. Terapeut., Mailand (Italien). — [3] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 888; vgl. diese Z. **152**, 292 (1956). K. Machner

Über die Bestimmung von Fluor in der quantitativen organischen Mikroanalyse gibt T. S. Ma[1] einen ausführlichen Überblick mit 49 Literaturzitaten. Die einzelnen Methoden zum Aufschluß der Probe, der nachfolgenden Abtrennung des Fluorions

von allen störenden Substanzen sowie der eigentlichen Fluorbestimmung, die maßanalytisch, gravimetrisch oder auch colorimetrisch durchgeführt werden kann, werden eingehend diskutiert, auf ihre Vor- und Nachteile wird hingewiesen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1557—1560 (1958). Brooklyn College, New York City, N. Y. (USA). K. MACHNER

Zur Mikrobestimmung von Chlor in perchlorierten Verbindungen haben F. ESTEVAN und J. SERRA[1] eine Methode erarbeitet. — Die Verbrennung wird in einem Sauerstoffstrom mit einer Geschwindigkeit von 6—7 ml/min in einem Quarzrohr von 75 cm Länge und 16 mm Durchmesser durchgeführt. Der Sauerstoff wird zur Reinigung durch ein Absorptionsröhrchen mit Anhydron und ein weiteres mit Ascarit und Anhydron geleitet. Die Substanz wird im Pt-Schiffchen verbrannt. Anordnung und Temperatur der Öfen sind aus Abb. 3 zu ersehen. Die Verbrennungsgase strömen durch ein Teströhrchen mit 0,025 n Silbernitratlösung. Die Verbrennung dauert 15—20 min, 10 min lang wird noch durchgeleitet. Dann wird in der Vorlage titriert. — Es sind z. B. untersucht worden: *Perchlortoluol, Pentachlorphenyldichlormethan, Perchlorstilben* u.a. Die Fehler liegen zwischen 0,01 und 0,26%.

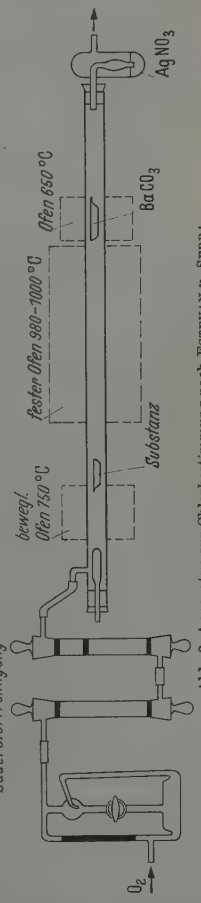


Abb. 3. Apparatur zur Chlorbestimmung nach ESTEVAN u. SERRA

[1] Inform. Quím. analít. **12**, 137—139 (1958). Inst. „Alonso Barba", Univ. Barcelona (Spanien).

IRMGARD PFITZER

2. Qualitative und quantitative Analyse

Eine Methode zur quantitativen Trennung und Bestimmung verschiedener Alkoxylgruppen aus organischen Verbindungen mit Jodwasserstoffsäure (Methode nach ZEISEL) beschreiben K. KRATZL und K. GRUBER[1] in Ergänzung anderer Arbeiten[2,3]. An die Zeiselsche Apparatur wird eine sogenannte Zusatzkolonne (etwa 100 mm lang) angeschlossen, die mit Hilfe eines angeschmolzenen Mantels entweder gekühlt (Absorption) oder geheizt (Desorption) werden kann. Diese Kolonne, die wie die Trennsäule (etwa 1,5 m lang) die gleiche Füllung enthält, dient dem Auffangen der entstandenen Alkyljodide und ermöglicht nach dem Aufheizen eine gemeinsame, relativ schnelle Aufgabe auf die Trennsäule. Die Zersetzung der Alkyläther geschieht im Halbmikromaßstab mit 5%iger Natriumhydrogencarbonatlösung zum Waschen. Als Spülgase (20 ml/min) dienen Stickstoff oder Kohlendioxyd. Ist die Absorption in der Zusatzkolonne beendet, wird das Spülgas abgestellt, die Kolonne auf die Trennsäule aufgesetzt, die Kältemischung durch Wasser ersetzt und dieses zum Sieden erhitzt. Nach 2 min werden die Jodide mit dem wieder eingeschalteten Gasstrom in die Trennsäule gespült (Arbeitstemperatur etwa 85°C). Die Wärmeleitfähigkeitszelle wird nur zur Anzeige des Austritts der einzelnen Fraktionen verwendet, da diese mit dem normalen Absorptionsgefäß

der Zeisel-Apparatur in Brom-Eisessig-Natriumacetat aufgefangen werden. Es schließt sich die bekannte Thiosulfattitration der einzelnen Komponenten an. Als stationäre Phasen werden Polyäthylenglykol (40 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile Trägermaterial) und Trikresylphosphat (24 Teile auf 100 Teile) verwendet. Die Analysenergebnisse bezüglich des Gehaltes an Methoxyl- und Äthoxylgruppen werden von *3-Methoxy-4-äthoxybenzaldehyd* (a) und *3-Methoxy-4-propoxybenzaldehyd* für 7 Einwaagen mit einem prozentualen, auf die berechneten Werte bezogenen mittleren Fehler von −0,35 bzw. −0,69% für Methoxyl sowie −0,08% für Äthoxyl und −0,79% für Propoxyl mitgeteilt. Außerdem sind 5 Chromatogramme für die Alkoxylbestimmung in (a), *Myocain*, *entharztem Fichtenholz*, *Äthanollignin* und einem *Holzrückstand nach Äthanolyse* wiedergegeben. Der Zeitbedarf einer vollständigen Bestimmung beträgt 2 Std.

[1] Mh. Chem. **89**, 618–624 (1958). Österr. Holzforsch.-Inst., Wien. — [2] Vertalier-Martin: Chim. analytique **40**, 80 (1958); vgl. diese Z. **167**, 126 (1959). — [3] James, A. T., u. A. J. P. Martin: Biochemic. J. **57**, V (1954). D. Jentzsch

Die quantitative Bestimmung organischer Persäure (I), Diacylperoxyd (II), Alkylhydroperoxyd (III), Dialkylperoxyd (IV) und organischer Säure (V) nebeneinander haben L. Horner und E. Jürgens[1] bearbeitet. Die Verfahren beruhen darauf, daß *Diphenylsulfid* mit I rasch, mit II und III sehr langsam, mit IV gar nicht reagiert, und daß *Triäthylarsin* mit I und II rasch und quantitativ titrierbare Säuren bildet, mit III ohne Säurebildung, mit IV nicht reagiert. — *Ausführung.* Im ganzen werden 6 verschiedene Analysenmethoden angewendet, nämlich: *a) Jodometrische Bestimmung* (erfaßt die Summe I, II, III und IV). Man kocht einen aliquoten Teil der zu untersuchenden Lösung (2–5 ml) 30 min lang mit einer Lösung von 1 ml gesätt. KJ-Lösung und 5 ml konz. Salzsäure in 30 ml Eisessig unter CO_2 oder N_2, verdünnt nach dem Abkühlen mit 30–50 ml Wasser und titriert das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung. Ist das zu untersuchende Gemisch frei von IV, so kann man bei Raumtemperatur arbeiten. Man löst das Peroxydgemisch in 2–5 ml Benzol oder Chloroform, gibt zu einer Lösung von 30 ml Eisessig und 1 ml gesätt. KJ-Lösung, läßt 10–15 min unter CO_2 stehen, verdünnt mit 30–50 ml Wasser und titriert mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung. — *b) Diphenylsulfidverfahren* (dient zur Bestimmung von II oder III neben I). Man versetzt einen aliquoten Teil der Probe mit einer dem Gesamtperoxydgehalt ungefähr äquivalenten Menge an Diphenylsulfid, läßt 10 min stehen und bestimmt anschließend II bzw. III nach a) jodometrisch. — *c) Triäthylarsinverfahren. 1. acidimetrisch* (erfaßt I, II und V). Zu einem aliquoten Teil der Probe werden 300–400 mg Triäthylarsin zugesetzt und 10 min unter N_2 stehen gelassen. Nach dem Verdünnen mit 30 ml Wasser wird mit 0,1 n Lauge gegen Phenolphthalein titriert. *2. jodometrisch* (erfaßt I, II und III). Man versetzt die Probe unter CO_2 mit überschüssiger 0,1 n (= 0,05 m) benzolischer Triäthylarsinlösung und titriert nach 10 min (bzw. 45 min bei II und III) das unverbrauchte Triäthylarsin mit 0,1 n Jodlösung zurück. — *d) Titration mit Alkalilauge* (erfaßt I und V). Man titriert mit 0,1 n NaOH-Lösung gegen Phenolphthalein als Indicator. — *e) Triäthylarsin nach Zusatz von Diphenylsulfid* (zur Bestimmung von II und III neben I). Man versetzt einen aliquoten Teil der Probe zur Zerstörung von I mit 200–300 mg Diphenylsulfid, läßt 10 min stehen und verfährt weiter nach c, 2. — Im Original wird die Anwendung dieser Analysenmethoden an 11 verschiedenen Mischungen mit 2 bis 5 Komponenten erläutert.

[1] Angew. Chem. **70**, 266–268 (1958). Univ. Mainz. K. Söllner

Zum Nachweis und zur Bestimmung von Hydroperoxyden (-OOH) neben Dialkylperoxyden und Ozoniden in ungesättigten Fettsäuren und ähnlichen Verbindungen benutzen R. T. Holman, C. Nickell, O. S. Privett und P. R.

Edmondson[1] das Absorptionsspektrum im nahen Infrarot. Hydroperoxyde haben bei 2,07 und 1,46 μ schwache Banden ($\varepsilon_{2,07\,\mu} \sim 0{,}4-0{,}6$; $\varepsilon_{1,46\,\mu} \sim 0{,}5-1{,}5$), die sich bei genügender Auflösung des Spektrographen nicht mit anderen Banden, z. B. OH-Gruppen überlappen. Allerdings setzt die kleine Molarextinktion zum sicheren Nachweis mindestens 100—200 mg Probenmaterial voraus (3—10%ige Lösung in Tetrachlorkohlenstoff). Vergleichende Untersuchungen mit IR-Spektroskopie und der jodometrischen Peroxydmethode ergeben beim *Abbau von Methyloleat-hydroperoxyd* und der *Autoxydation von Methyllinoleat* befriedigende Ergebnisse. Die Arbeit enthält die IR-Spektren der dargestellten Hydroperoxyde, der reduzierten Verbindungen, einiger Dialkylperoxyde und Ozonide von 1,0—2,8 μ und Hinweise für die präparative Darstellung höherer ungesättigter Kohlenwasserstoffe.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **35**, 422—425 (1958). Univ. Austin und Univ. Minneapolis, Minn. (USA). H. Specker

Bestimmung der primären, sekundären und tertiären Aminogruppen nebeneinander. G. D. Galpern und N. N. Bezinger[1] beschreiben ein Verfahren, das eine Abänderung der von Ch. B. Wagner, R. H. Brown und E. D. Peters[2] entwickelten Methode ist. Die primären Aminogruppen werden statt mit Salicylaldehyd mit Phthalsäureanhydrid gebunden, wobei neutral reagierende Phthalimide entstehen — im Gegensatz zum Salicylaldehyd, der störende Beimengungen an Salicylsäure enthält und der bei der Reaktion mit den primärem Aminen Schiffsche Basen bildet, die ebenfalls die Titration beeinflussen. Als Lösungsmittel werden nicht Isopropylalkohol und Äthylenglykol verwendet, sondern Essigsäure, wodurch der Potentialsprung im Endpunkt von 30—40 mV auf 70—100 mV erhöht und damit die Empfindlichkeit wesentlich gesteigert wird, so daß man N-Basen mit Dissoziationskonstanten 10^{-11} bis 10^{-12} titrieren kann. Die Titration wird mit 0,05—0,1 n $HClO_4$ in Eisessig durchgeführt (dargestellt aus wäßriger Lösung von $HClO_4$ in Eisessig, unter Zusatz von Essigsäureanhydrid zwecks Bindung des Wassers). Die Titerstellung dieser Lösung erfolgt mit Kaliumhydrogenphthalat in Eisessig. Man kann $HClO_4$ auch durch p-Toluolsulfonsäure ersetzen, die in Eisessig wie eine sehr starke Säure reagiert. Die Titrationen erfolgen potentiometrisch mit dem Potentiometer LP-5. Bei der Titration ist die Temperatur konstant zu halten; die Lösung wird mechanisch gerührt. Nach dem vorgeschlagenen Verfahren lassen sich jedoch die Aminogruppen in Stellung 2 und 4 bei Aminopyridinen und Aminochinolinen sowie im Thiazol (Stellung 2) nicht bestimmen, da diese Verbindungen eher Amid- als Amincharakter besitzen. Sie reagieren nicht mit Phthalsäure- und Essiganhydrid. Die Aminogruppen dieser Verbindungen in Stellung 3 jedoch reagieren wohl und können titriert werden. — *Ausführung.* Die Einwaage wird in Eisessig gelöst. Dann entnimmt man der Lösung 3 aliquote Teile (20—25 ml). Im ersten Teil bestimmt man die Summe der Aminogruppen durch direkte Titration. Zur zweiten Portion setzt man 1 g Phthalsäureanhydrid (den 2- bis 3fachen Überschuß gegenüber den NH_2-Gruppen) und erhitzt die Lösung auf dem siedenden Wasserbad (mit Rückflußkühler) 30—45 min, kühlt ab und titriert die Summe der übriggebliebenen sekundären und tertiären Aminogruppen. Zur dritten Portion fügt man 10—15 ml Essigsäureanhydrid hinzu und erhitzt wie oben 30—45 min auf siedendem Wasserbad mit Rückflußkühler, kühlt ab und titriert die tertiären Amine. Aus diesen 3 Titrationsergebnissen lassen sich die primären, sekundären und tertiären Aminogruppen gesondert berechnen.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 603—607 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Naphtha-Inst., Akad. Wiss. UdSSR, Moskau. — [2] J. Amer. chem. Soc. **69**, 2609 (1947).
A. v. Wilpert

Weitere Untersuchungen über die Papierchromatographie der Fettsäuren haben H. P. Kaufmann und E. Mohr[1] angestellt. Verff. beschäftigen sich mit der Fortentwicklung und Verbesserung der papierchromatographischen Fettanalyse sowie mit Fragen der theoretischen Deutung der Verteilungsvorgänge. Die beschriebenen Versuche erweitern die Kenntnis der Umkehrphasensysteme und zeigen speziell bei der Trennung von Fettsäuren die Möglichkeit der Standardisierung und Verbesserung der von H. P. Kaufmann und W. Nitsch[2] angegebenen Methode auf. Diese Methode benutzt als stationäre Phase und hydrophobierendes Mittel eine dem Undecan entsprechende Kohlenwasserstofffraktion, als mobile Phase eine mit dem gleichen Präparat gesättigte Essigsäure verschiedener Konzentration. Zum Nachweis der getrennten Fettsäuren eignet sich die Überführung in farbige Verbindungen, insbesondere Kupferseifen, die durch Reaktion mit Kaliumhexacyanoferrat (II) [Umwandlung des Kupfers in Kupferhexacyanoferrat (II)] verstärkt angefärbt werden können. Die Entwicklung der Chromatogramme wird nach der aufsteigenden, horizontalen oder absteigenden Arbeitsweise durchgeführt. Es hat sich gezeigt, daß die Imprägnierung von wesentlichem Einfluß auf die Güte der Trennungen ist und daß durch eine geeignete Imprägnierung sowohl die Entwicklungsdauer als auch die R_f-Werte der Fettsäuren erheblich beeinflußt werden können. Verff. halten es daher für zweckmäßig, zur Standardisierung der Methode den Imprägnierungsgrad anzugeben, worunter die Menge des unpolaren Imprägnierungsmittels (in Grammen), bezogen auf 1 g Papier, zu verstehen ist. Der Anwendungsbereich des grundlegenden Kohlenwasserstoff-Säure-Wasser-Systems kann durch Zusätze polarer Stoffe zur Steigflüssigkeit erweitert werden. Von den untersuchten Lösungsmitteln eignen sich am besten Zusätze von Aceton und Acetonitril. Beide verringern die Entwicklungsdauer und ermöglichen die Chromatographie bei höheren Temperaturen. Darüber hinaus erhöht ein Acetonzusatz die R_f-Werte und die R_f-Differenz der getrennten Fettsäuren. Zur Chromatographie bei tiefen Temperaturen bietet das System Undecan-Aceton-Propionsäure-Wasser die günstigsten Bedingungen, so z. B. zur Auftrennung der wichtigsten kritischen Fettsäurepaare. Je nach der Art der zu trennenden Fettsäuren, der zur Verfügung stehenden Zeit und der Beschaffenheit der benötigten Lösungsmittel muß also die Steigflüssigkeit variiert werden. Die verschiedenen Ausführungsformen der papierchromatographischen Analyse von Fettsäuregemischen werden eingehend in der Originalarbeit beschrieben.

[1] Fette u. Seifen **60**, 165—177 (1958). Univ. Münster und Dtsch. Inst. Fettforschung, Münster. — [2] Fette u. Seifen **56**, 154 (1954); **57**, 473 (1955); **58**, 234 (1956); vgl. diese Z. **146**, 115 (1955); **150**, 319 (1956); **157**, 450 (1957).

K. Machner

Zur Bestimmung von Uronsäuren wird von S. A. Barker, A. B. Foster, I. R. Siddiqui und M. Stacey[1] die von R. M. McCready, H. A. Swensen und W. D. Maclay[2] beschriebene Decarboxylierungsmethode so modifiziert, daß die Probeneinwaagen von 250 mg auf 20 mg reduziert werden können. — *Arbeitsweise.* Die erforderliche Apparatur (Abb. 1) wird vor Gebrauch mit warmer Chromschwefelsäure gereinigt und getrocknet. Sämtliche Schliffverbindungen werden mit Siliconfett abgedichtet. Die ganze Apparatur wird durch Ascaritröhrchen von atmosphärischer Kohlensäure freigehalten. 20 mg Probe werden in ein 1 cm langes enges Röhrchen eingewogen und in das Reaktionskölbchen übergeführt. Dann gibt man mittels Pipette 3 ml 19%ige Salzsäure zu und spült die Apparatur mit Stickstoff CO_2-frei, wobei das Absorptionsröhrchen nicht angeschlossen ist. Letzteres wird ebenfalls mit Stickstoff ausgespült, mit 5 ml 0,25 n Natronlauge beschickt und mit der Apparatur verbunden. Man reguliert den Stickstoffstrom auf 1 Blase/2—3 sec ein und taucht den Reaktionskolben so in ein 145° C heißes Ölbad ein, daß sich der

Flüssigkeitsspiegel 0,25 cm über dem Ölspiegel befindet. Man erhitzt so 2 Std, entfernt dann das Heizbad und steigert den Gasstrom für 10 min auf 2—3 Blasen/sec. Der Inhalt des Absorptionsröhrchens wird anschließend 5mal mit 5 ml Wasser in einen Kolben übergespült, mit 2 ml 10%iger Bariumchloridlösung sowie 2 Tr. Phenolphthaleinlösung versetzt und die überschüssige Natronlauge mit 0,1 n Salzsäure unter Durchleiten von Stickstoff zurücktitriert. In gleicher Weise wird ein Blindwert mit der Natronlauge ausgeführt. — Die Kontrollanalysen geben reproduzierbare Werte.

[1] Talanta (London) **1**, 216—218 (1958). Univ., Birmingham (England). — [2] Ind. Engng. Chem. anal. Edit. **18**, 290 (1946).

H. Garschagen

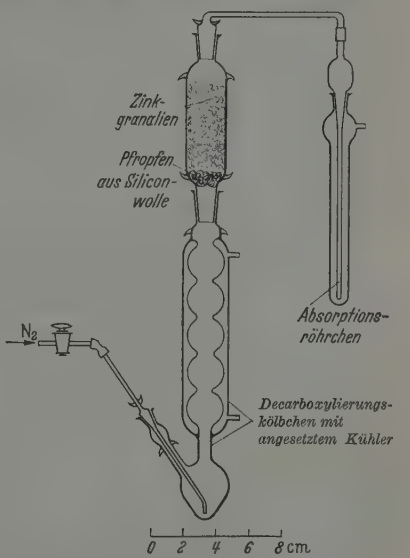


Abb. 1. Apparatur zur Mikrobestimmung von Uronsäuren nach Barker u. Mitarb.

Zur Identifizierung von Alkylarylsulfiden empfehlen J. Gasparič, M. Večeřa und M. Jurečer[1] die Umsetzung mit Acetylchlorid nach Friedel-Crafts in Gegenwart von wasserfreiem Aluminiumchlorid. — *Ausführung.* Man gibt unter Kühlung zu einem Gemisch von 0,8 g wasserfreiem Aluminiumchlorid und 5 ml Chloroform tropfenweise 0,5 ml Acetylchlorid und tropft dann unter weiterer Kühlung eine Lösung von 0,5 ml Alkylarylsulfid in 5 ml Chloroform zu. Unter Ausschluß der Luftfeuchtigkeit läßt man das Reaktionsgemisch 1 Std bei Raumtemperatur stehen. Sodann gießt man es in 5 ml konz. Salzsäure mit einigen Eisstückchen. Die untere Schicht trennt man ab, wäscht sie einmal mit 5%iger Salzsäure und einmal mit 5%iger Natriumhydrogencarbonatlösung, filtriert und destilliert das Chloroform ab. Die Reaktionen verlaufen glatt, rasch und einfach selbst im Semimikro- und Mikromaßstab. Die als Rückstand im Kolben befindlichen Acetophenone überführt man in die 2,4-Dinitrophenylhydrazone. Man löst dazu den Rückstand in 10 ml Methanol, fügt das Reagens nach R. L. Shriner und R. C. Fuson[2] zu und läßt 1 Std lang oder bis zum anderen Tag stehen. Die ausgeschiedenen Kristalle wäscht man mit 2 n Schwefelsäure und kristallisiert sie aus Eisessig, Äthylacetat oder Äthanol um. Die Hydrazone zeigen scharfe, weit genug auseinander liegende Schmelzpunkte. (Tabelle im Original.) Auch die Pulverröntgendiagramme erweisen sich zur Identifizierung als sehr geeignet. Alle untersuchten Derivate sind so unterscheidbar. Die Oxime besitzen für die Identifizierung wenig Wert, vor allem wegen ihrer zeitraubenden Herstellung, ihrer schlechten Isolierbarkeit und ihrer nahe beieinander liegenden Schmelzpunkte. Die entsprechenden Alkylsulfonylacetophenone sind wegen ihrer niedrigen Schmelzpunkte schlecht brauchbar.

[1] Chem. Listy **52**, 1720—1725 (1958) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. organ. Synth., Pardubice-Rybitví (ČSR). — [2] The Systematic Identification of Organic Compound, Wiley, New York 1948, S. 171.

H. Freytag

Die Bestimmung von p-Nitroäthylbenzol sowie von p-Nitroacetophenon gründen J. Neumann, V. Štěpánková und Z. Aunický[1] auf die Oxydation dieser Verbindungen mit Chromtrioxyd in siedendem Eisessig zu p-Nitrobenzoesäure, die abfiltriert und gewogen wird. o-Nitroäthylbenzol (o-Nitroacetophenon) wird unter solchen Bedingungen nur geringfügig angegriffen. Die Löslichkeit der beiden isomeren Nitrobenzoesäuren ist voneinander sehr verschieden. Bei 15°C lösen 100 g Wasser 0,625 g o- und nur 0,0213 g p-Nitrobenzoesäure. Anwesenheit von Essigsäure erhöht die Löslichkeit der p-Nitrobenzoesäure unter den Versuchsbedingungen um etwa 2%. Dieser Löslichkeit wird durch Anbringen einer Korrektur an den Ergebnissen Rechnung getragen. Die optimalen Mengenverhältnisse der reagierenden Stoffe sind: Äthylbenzol : CrO_3 : Essigsäure = 3 : 15 : 150 Gewichtsteilen. Bei einer Einwaage von 2—3 g wird nach der Oxydation optimal auf 500 ml verdünnt. Die Ausbeute an p-Nitrobenzoesäure beträgt bei der Oxydation von p-Nitroäthylbenzol etwa 72%, bei der Oxydation von p-Nitroacetophenon 82% der Theorie. Alle Resultate sind auf ±1% reproduzierbar. Die o-Isomeren stören die Bestimmung der p-Verbindungen in den Mischungsverhältnissen 10:1 bis 1:10 nicht. Verunreinigungen der technischen Produkte stören ebenfalls nicht, vorausgesetzt daß sie beim Verdünnen mit Wasser nach der Oxydation in Lösung bleiben. — *Ausführung.* In einem 250 ml-Zweihalskolben mit Rückfluß und Tropftrichter löst man 2 g Nitroäthylbenzol in 100 ml Eisessig. Sobald die Lösung siedet, läßt man 10 ml gesätt. Chromsäurelösung (10 g CrO_3 in 6 ml Wasser) zutropfen. Die ursprüngliche Violettfärbung geht während der Oxydation in Grün über. Nach genau 1 Std kühlt man mit Eiswasser und verdünnt im Meßzylinder mit Wasser auf 450 ml bei 15°C. Die beim sorgfältigen Temperieren auf 15°C sich ausscheidende p-Nitrobenzoesäure filtriert man in einen Filtertiegel S 3, wäscht mit 50 ml Wasser und trocknet bei 100°C bis zur Gewichtskonstanz. Die Berechnung erfolgt nach $x\% = 125{,}5\ (b + f)/a$. Darin bedeuten a die Einwaage, b die Auswaage und f die in der Lösung verbliebene Menge p-Nitrobenzoesäure, für 500 ml also 0,1065 g In genau der gleichen Weise bestimmt man p-Nitroacetophenon.

[1] Chem. Průmysl 8, 244—246 (1958) [Tschechisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Chem.-technol. Hochsch. Prag (ČSR). H. Freytag

p- und m-Chlorbenzotrifluoride können nach Messungen von M. Iwasaki, H. Muramatsu und R. Kojima[1] mit Hilfe der IR-Analyse in Schwefelkohlenstoff nebeneinander bestimmt werden. Für die Bestimmung des p-Isomeren werden die Schlüsselbanden bei 9,84 und 12,01 μ, für das m-Isomere die bei 11,26 und 12,28 μ herangezogen. Mischungen, die zwischen 10—80% der p-Verbindung erhalten, können nach der Standard- und Verhältnismethode mit guter Genauigkeit (Standardabweichung 0,4—0,7%) bestimmt werden. Für weniger als 10% des p-Isomeren benutzt man das Grundlinien- und das Differentialverfahren (Standardabweichung 0,06—0,1%). Der scheinbare Extinktionskoeffizient der p-Verbindung wird durch die Konzentration der m-Verbindung nach diesen beiden Verfahren nur sehr wenig beeinflußt. Die Schichtdicke beträgt in allen Fällen 0,1 mm. Die Arbeit enthält die IR-Spektren der reinen Verbindungen von 2—15 μ und Eichkurven nach den oben angegebenen vier Verfahren.

[1] Jap. Analyst 7, 425—429 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Government Ind. Res. Inst., Nagoya (Japan). H. Specker

Für die Bestimmung von 2-Naphtholsäuren durch Titration mit Jodlösung empfehlen M. Matrka und F. Navrátil[1] die potentiometrische Endpunktsbestimmung, die vor dem üblichen visuellen Verfahren den Vorzug hat, auch für gefärbte Lösungen anwendbar zu sein. Mit 1 Mol der 2-Naphtholverbindung reagieren

2 Atome Jod. Das Verfahren dient zur Bestimmung der *2-Naphthol-6-sulfonsäure (Schäffersäure), der 2-Naphthol-7-sulfonsäure (F-Säure)* und der *2-Naphthol-3,6-disulfonsäure (R-Säure)*. Der Vergleich der Ergebnisse der potentiometrischen Analyse mit jenen der üblichen Kupplungstitration zeigt, daß die ersteren stets niedriger sind. Diese Unterschiede sind auf die Ungenauigkeit der Kupplungsmethode zurückzuführen, aber auch auf die Anwesenheit stellungsisomerer Verbindungen, die sich nicht jodieren lassen. Jodierung ist nur dann möglich, wenn die 1-Stellung frei und die 8-Stellung nicht durch eine große Gruppe besetzt ist, die die Substitution der 1-Stellung durch Jod sterisch verhindert. Es stört in diesem Sinne die 2-Naphthol-8-sulfonsäure die Bestimmung der 2-Naphthol-6- und 2-Naphthol-7-sulfonsäure, bei der Bestimmung der 2-Naphthol-3,6-disulfonsäure stören die 2-Naphthol-6,8-disulfon- und die 2-Naphthol-3,6,8-trisulfonsäure. Von großem Einfluß ist der p_H-Wert der zu titrierenden Lösung. Ergebnisse werden bei p_H 7 (in Gegenwart von Natriumhydrogencarbonat oder Dinatriumhydrogenphosphat) erhalten. Zur *Ausführung* der Bestimmung löst man je 0,005 Mol (1,121 bzw. 1,521 g) der zu untersuchenden Säure in 3 ml 2,5 n Natriumcarbonatlösung und verdünnt mit dest. Wasser zu 250 ml. 25 ml dieser Stammlösung versetzt man mit 50 ml 5%iger Natriumhydrogencarbonat- bzw. Dinatriumhydrogenphosphatlösung. Man titriert mit einer gegen Arsentrioxyd eingestellten 0,1 n Jodlösung und benutzt ein Kompensationspotentiometer mit einer blanken Platinindikations- und einer gesättigten Kalomelelektrode. Die Ergebnisse sind auf $\pm 0{,}25\%$ reproduzierbar.

[1] Chem. Průmysl 8, 363—364 (1958) [Tschechisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Forsch.-Inst. organ. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSR). H. Freytag

Cyclische Fettsäuren, wie *Chaulmoogra-, Dihydrochaulmoogra-* und *Hydnocarpussäure*, kann man nach H. P. Kaufmann und M. M. Deshpande[1] papierchromatographisch voneinander und von geradkettigen Fettsäuren trennen. Als Lösungsmittel ist das System Undecan-95%ige Essigsäure besonders geeignet (u.a. keine Schweifbildung). Zur Verwendung als mobile Phase sättigt man die 95%ige Essigsäure mit Undecan stand., welches als Imprägnierungsmittel dient. Man arbeitet am besten aufsteigend (Papier Schl. & Sch. Nr. 2043b), bis 18—20 cm Steighöhe erreicht sind. Um die Flecken sichtbar zu machen, überführt man die Fettsäuren in die Kupferseifen und setzt das Cu mit Kaliumhexacyanoferrat(II) um. Bestandteile mit geringen R_f-Unterschieden lassen sich durch Zonenchromatographie nach W. Matthias[2] mit 6,5 × 28 cm großen Papierblättern noch scharf trennen. Auf die angegebene Weise kann man z.B. *Chaulmoograsäure* deutlich von *Caprin-, Laurin-, Myristin-, Stearin-, Brassidin-, Linolen-* und *Ricinolsäure*, nicht jedoch von Palmitin-, Öl- und Elaidinsäure scheiden. Desgleichen läßt sich *Dihydrochaulmoograsäure* von *Caprin-, Laurin- und Myristinsäure*, nicht aber von Stearinsäure trennen. Als Regel gilt, daß für die Trennbarkeit weniger die Struktur und die Lage der Doppelbindungen, als vielmehr die Anzahl der C-Atome und der Doppelbindungen maßgebend sind. Bei der Chromatographie der entsprechenden Aldehyde treten ähnliche Erscheinungen auf.

[1] Fette u. Seifen **60**, 645—647 (1958). Univ. u. Dtsch. Inst. Fettforschung, Münster (Westf.). — [2] Der Züchter **24**, 313 (1954); vgl. diese Z. **150**, 209 (1956).
F. Neumann

Bestimmung von Cyclohexanon und Cyclohexanol nebeneinander. Nach A. S. Maslennikov[1] wird Cyclohexanon mit dem Diazoniumsalz der H-Säure, Cyclohexanol mit Diphenylamin bestimmt. Das Verfahren gestattet, Cyclohexanon in Gegenwart eines 100fachen Überschusses an Cyclohexanol mit einem Fehler von 9% bei 1—40 µg Cyclohexanon zu erfassen. Cyclohexanol wird bei einem Gehalt von

10—100 μg mit einem Fehler von nicht über 12% in Gegenwart des 30fachen Überschusses an Cyclohexanon bestimmt. Die Empfindlichkeiten betragen: 0,2 μg Cyclohexanon/ml bzw. 5 μg Cyclohexanol/ml. — *Bestimmung des Cyclohexanons.* Zu 1 ml der Prüflösung setzt man 0,2 ml 10%iger Urotropinlösung und 1 Tr. Essigsäureanhydrid hinzu, mischt und gibt noch 0,2 ml einer 1%igen frischen Natriummetabisulfitlösung, 0,2 ml 25%ige NaOH-Lösung und 0,5 ml Diazoniumsalzlösung der H-Säure hinzu, verdünnt nach 5 min auf 10 ml und photometriert unter Verwendung von Vergleichslösungen mit Grünfilter. Das Absorptionsmaximum liegt bei 550 mμ, das Beersche Gesetz ist erfüllt. Die Diazoniumlösung wird durch Vermischen (1:1) einer 1%igen $NaNO_2$-Lösung mit 0,25%iger Lösung des Mononatriumsalzes der H-Säure in 0,05 n Schwefelsäure hergestellt. — Man kann auch die sogenannte colorimetrische Titration zur Bestimmung des Cyclohexanons nach seiner Umsetzung mit dem Diazoniumsalz der H-Säure benutzen. Dazu verdünnt man die Blindprobe der Reagentien mit Wasser auf 10 ml und läßt tropfenweise aus einer Mikrobürette die wäßrige Standardlösung des Farbstoffs zufließen, bis Gleichheit der Farbintensität mit der Prüflösung erreicht ist. 7,58 μg Azofarbstoff entsprechen 0,98 μg Cyclohexanon. Die Herstellung des Azofarbstoffs (aus dem Na-Salz der H-Säure, $NaNO_2$, Sulfit, Lauge und Cyclohexanon) ist in der Originalarbeit beschrieben. — *Bestimmung des Cyclohexanols.* Zu 2 ml der Cyclohexanollösung setzt man 2 ml 2%ige Diphenylaminlösung in konz. Schwefelsäure; dieselben Mengen Vergleichslösung werden ebenfalls mit je 2 ml Diphenylaminlösung versetzt. Enthält die Probe mehr als 1 mg Cyclohexanon, so gibt man in alle Reagensgläser noch je 0,2 ml 25%ige Hydroxylaminsulfatlösung, erhitzt die Gläschen 15 min im Ölbad auf 145—150° C und colorimetriert die Lösungen, die das Beersche Gesetz nicht befolgen. *Zur Bestimmung der beiden Verbindungen in der Luft* leitet man die Luftprobe durch 3 hintereinander geschaltete Auffanggefäße mit je 5 ml Wasser. Das erste Gefäß hält 70—80, das zweite 20—30% Cyclohexanon zurück; Cyclohexanol wird besser absorbiert (90 und 10%).

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 599—602 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Sanitär-epidem. Station des Gebiets Gorki. A. v. Wilpert

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Wasser, Abwasser. *Zur Bestimmung von Gasen, die in natürlichen Wässern wie Flußwasser oder Mineralwasser, gelöst sind,* treiben M. Bastick und H. Guérin[1] die Gase durch Erhitzen im Vakuum aus und analysieren das gesammelte Gasgemisch in üblicher Weise. Das Verfahren hat den Vorteil, daß die Sauerstoffbestimmung durch reduzierende organische Substanzen nicht gestört wird, wie das bei der jodometrischen Methode von Winkler der Fall ist. — Die *Probenahme* erfolgt mit einem evakuierten Rundkolben von etwa 250 ml Inhalt, der auf beiden Seiten einen Hahn hat und mit einem Schliff auf die Entgasungsapparatur aufgesetzt werden kann. Man läßt nun das Wasser langsam in etwa 2 Std in einen evakuierten Kolben fließen, der geheizt werden kann. Anschließend oder gleichzeitig wird das Wasser in einen zweiten Kolben destilliert, wobei eine vollständige Entgasung erreicht wird. Das *Gas* wird durch eine mit flüssiger Luft gekühlte Vorlage geleitet. Im nicht kondensierten Anteil wird *Sauerstoff* mit Pyrogallol bestimmt, *Stickstoff* wird bei 350° C über Li geleitet und dadurch als Nitrid gebunden. *He* und *Ne* werden bei — 195° C von Kieselgel nicht adsorbiert und lassen sich dadurch ermitteln. — Der im *kondensierten Anteil* neben CO_2 vorhandene

Schwefelwasserstoff kann durch Schütteln mit feuchten Kupfersulfatkristallen entfernt werden; die Reaktion muß so oft wiederholt werden, bis sich die Kristalle nicht mehr schwarz färben. Er kann aber auch in 40%iger Kalilauge aufgefangen werden. Diese Lösung wird dann unter kräftigem Rühren in eine 0,01 m Jodlösung gegeben, die so viel Salzsäure enthält, daß die Kalilauge neutralisiert wird und die Lösung zum Schluß schwach sauer ist. Der Überschuß an Jod wird mit Thiosulfat zurücktitriert.

[1] Bull. Soc. chim. France **1958**, 1119—1122. Fac. Sci. Nancy (Frankreich).
G. Denk

Über den Einfluß von Fremdsalzen bei der colorimetrischen Bestimmung der löslichen Kieselsäure im Meerwasser berichtet G. S. Bien[1]. Besonders in Gegenwart von Chloriden wird die Absorption des Silicomolybdatkomplexes herabgesetzt, so daß zu wenig Kieselsäure ermittelt wird. Bei einer eingehenden spektralphotometrischen Untersuchung wird festgestellt, daß das Verhältnis der gravimetrisch zur colorimetrisch bestimmten Kieselsäure, der Salzfaktor, stark von der Chloridkonzentration abhängig ist. Im Bereich von 5—20 g Cl^-/l ändert sich der Salzfaktor linear um 5%, während er bei Chloridmengen unter 5 g Cl^-/l bereits um 10% und dann zunehmend stärker absinkt. Es werden zwei Korrektionsgleichungen angegeben, die es gestatten, bei annähernd bekanntem Chloridgehalt aus der gemessenen Absorption den exakten Kieselsäurewert abzuleiten.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1525—1526 (1958). Univ. La Jolla, Calif. (USA).
H. Zimmer

Über die photometrische Bestimmung von p-Kresol in Industrieabwässern berichten G. R. Tallon und R. D. Hepner[1]. p-Kresol wird isoliert, indem die störenden Kresolisomeren, Phenol sowie höhere Phenolhomologe mit unsubstituierter p-Stellung, mit 2,6-Dibromchinonchlorimid zu Indophenolen umgesetzt werden. Das nicht reagierende p-Kresol wird durch Wasserdampfdestillation von den nicht flüchtigen Indophenolen abgetrennt und als Diazofarbstoff bestimmt. — *Ausführung.* 250 ml des zu prüfenden Wassers wird gegen Methylorange mit 1 n Schwefelsäure sauer gemacht und einmal mit 40 ml Äther und viermal mit je 25 ml Äther ausgeschüttelt. Die Ätherauszüge werden vereinigt und einmal mit 4 ml und zweimal mit je 3 ml 10%iger Natronlauge ausgeschüttelt. Die Alkaliphase wird abgetrennt und schwach erwärmt. Es werden 2,0 g Natriumcarbonat (wasserfrei) zugesetzt, und die Lösung wird auf 30 ml verdünnt. Der p_H-Wert wird mit verd. Schwefelsäure auf 8,0 eingestellt und das Volumen auf 50 ml aufgefüllt. Enthält die Lösung nicht mehr als 4,0 mg Fremdphenole, deren Menge durch eine vorhergehende Phenolbestimmung nach einem der herkömmlichen Verfahren ermittelt werden muß, so werden 5,0 ml 1%iger 2,6-Dibromchinonchlorimidlösung in Äthanol zugesetzt. (Diese Lösung muß täglich frisch angesetzt werden.) Bei höheren Phenolgehalten wird ein aliquoter Teil entnommen. Die Lösung wird über Nacht aufbewahrt und dann mit 1,0 g Ascorbinsäure versetzt. Die Farbe der Lösung schlägt von Blau nach Rot um. Das Volumen wird auf 100 ml aufgefüllt und 10 ml davon werden einer Wasserdampfdestillation unterworfen. Man nimmt etwa 30 ml Destillat ab, das jetzt das p-Kresol enthält. Zur Bestimmung wird nun eine aliquote Menge mit etwa 100 μg p-Kresol entnommen und auf etwa 40 ml verdünnt. Nach dem Zusatz von 5,0 ml Diazo-Reagenslösung (siehe unten) wird 1 ml 2 n Ammoniak zugesetzt und das Volumen auf 50 ml aufgefüllt. Nach 5 min wird die Absorption bei 495 mμ gemessen. Der p-Kresolgehalt wird einer Eichkurve entnommen. Beleganalysen zeigen, daß das vorgeschlagene Verfahren befriedigende Werte liefert. Enthält das zu untersuchende Wasser 2,4- und 3,4-Xylenol, so

reagieren diese ebenso wie p-Kresol. — *Diazo-Reagens*, 1,0 g p-Hydrazinobenzolsulfonsäure und 0,30 g Natriumcarbonat werden in 80 ml Wasser gelöst und bis zur Lösung erwärmt. Nach Zusatz von 9 ml konz. Salzsäure wird das Volumen auf 100 ml aufgefüllt. Die Lösung ist bei 37° C aufzubewahren. 10 min vor der Bestimmung werden 4,0 ml dieser Lösung auf 10° C gekühlt und mit 5,0 ml 1%iger Natriumnitritlösung versetzt und 3—5 min auf 10° C gehalten. Die Lösung wird mit Wasser von 10° C auf 100 ml verdünnt und ist so gebrauchsfertig.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1521—1524 (1958). Mellon Inst. Pittsburgh, Pa. (USA). H. Zimmer

Bestimmung von Zinkoxyd in Zinkstaub. Nach einer kritischen Übersicht über die in der Literatur vorgeschlagenen Verfahren, die wenig befriedigende Resultate geben, findet C. G. Taylor[1] das Verfahren von G. H. Osborn[2] am besten geeignet. Es beruht auf der Löslichkeit des Zinkoxyds in Ammoniumacetatlösung und Bestimmung des Zinkgehaltes der erhaltenen Lösung. Die Versuche des Verfassers zeigen, daß zuverlässige Resultate nur zu erhalten sind, wenn die Flüssigkeit während der Behandlung mit Ammoniumacetatlösung kocht und wenn bei dieser Behandlung und beim Filtrieren und Waschen der Luftsauerstoff sorgfältig ausgeschlossen wird. Bei einem ZnO-Gehalt von etwa 4% betragen die Streuungen in den Resultaten etwa ± 0,2%. — *Arbeitsvorschrift.* Ein 250 ml-Büchner-Kolben mit seitlichem Ansatzrohr, wird mit einem durchbohrten Gummistopfen versehen, durch den ein Saugrohr mit Glasfritte Nr. 3 oder 4 in den Kolben eingeführt wird. Die Zinkstaubprobe wird mit 50 ml 12%iger Ammoniumacetatlösung versetzt, in den Kolben eingebracht und dieser evakuiert, bis die Lösung zu kochen beginnt. Sie wird 15 min durch Unterdruck gekocht und dann 2 Std stehen gelassen. Die Flüssigkeit wird dann mit Stickstoff durch das Filter-Saugrohr gedrückt. Es wird dreimal mit dest. Wasser nachgewaschen, wobei weiterhin Stickstoff den Kolben durchströmt. Das Filtrat wird mit den Waschwässern vereinigt und auf 100 ml aufgefüllt. Aus einem aliquoten Teil wird Zink gravimetrisch als Oxinat bestimmt. Eine Variation der Ammoniumacetatkonzentration von 6—12% hat keinen Einfluß auf die Genauigkeit des Verfahrens.

[1] Analyst **83**, 425—429 (1958). College Technol., Birmingham (England). — [2] Osborn, G. H.: Analyst **76**, 114 (1951); vgl. diese Z. **139**, 58 (1953). H. Zimmer

Einen Bericht über die bisher gebräuchlichsten Magnesiumbestimmungsverfahren in Aluminiumlegierungen geben R. C. Jackson, W. Stross und L. H. Wadsworth[1], wobei festgestellt wird, daß die Pyrophosphat- etwas zu hohe, die Oxin-Methode zu niedrige Werte ergeben. Die erwähnten photometrischen Bestimmungsverfahren können zwar schneller durchgeführt werden, sind aber nur bei Serienanalysen und bei Proben mit Magnesiumgehalten unter 2% günstig anwendbar. Die Äther-Amalgam-Trennung mit nachfolgender Phosphatfällung gibt gute Werte, ist aber zeitraubend, während die Laugetrennung mit nachfolgender Phosphatfällung bei Magnesiumgehalten bis herab zu 0,1% zufriedenstellend arbeitet. In Gemeinschaftsarbeit ist die volumetrische Bestimmung des Magnesiums mit ÄDTA untersucht worden. Nach einer Laugetrennung wird aus dem Rückstand das Magnesium mit verdünnter Schwefelsäure ausgezogen, die Lösung zur Abscheidung des Mangans und anderer Elemente der III. Gruppe mit Natronlauge auf den Neutralpunkt gegen Methylrot als Indicator, wobei aber der Indicator nicht nach Gelb umschlagen darf, eingestellt und mit Zinkoxyd die Fällung der störenden Ionen vorgenommen. Im Filtrat wird das Magnesium mit 0,1 m ÄDTA-Lösung titriert. In Fällen mit Calciumgehalten über 0,03% und geringen

Magnesiumgehalten wird vorher das Calcium als Oxalat abgeschieden. — Diese Zinkoxyd-Trennung mit nachfolgender ÄDTA-Titration wird mit der früher beschriebenen Methode[2] und dem Oxinverfahren hinsichtlich der Reproduzierbarkeit verglichen. Genaue Analysenvorschriften sowie geringfügige Änderungsvorschläge für Magnesiumgehalte von unter 1—15% sowie bei Legierungen mit niedrigen und hohen Siliciumgehalten sind in der Originalarbeit enthalten.

[1] Metallurgia (Manchester) **58**, 305—308 (1958). Assoc. Light Alloys Refiner (ALAR), London (England). — [2] Sergeant, J. C.: Metallurgia (Manchester) **48**, 261 (1953); vgl. diese Z. **143**, 461 (1954). — Gilbert, E. A.: Metallurgia (Manchester) **49**, 106 (1954). H. Malissa

Die komplexometrische Bestimmung von Eisen und Aluminium in Eisen-Aluminiumbronzen erfolgt nach M. I. Rozenberg[1], indem das Kupfer zunächst elektrolytisch abgetrennt wird. Eisen wird in der Cu-freien Lösung mit ÄDTA-Lösung bei p_H 0,5—1 titriert, zur Al-Bestimmung gibt man einen ÄDTA-Überschuß zu, puffert mit Natriumacetat und titriert mit Eisenlösung zurück. — *Ausführung.* Man löst 1 g der Bronze unter Erwärmen in 15 ml 2:1 verd. Salpetersäure, verdünnt mit 90 ml Wasser und scheidet das Kupfer elektrolytisch ab. Von der im Meßkolben auf 250 ml aufgefüllten Lösung entnimmt man 10 ml und versetzt mit 90 ml Wasser. Man erhitzt auf 50—60°C, gibt als Indicator 2 ml Natriumsulfosalicylatlösung (10 g Sulfosalicylsäure in 65 ml Wasser gelöst und mit 35 ml 2 n NaOH-Lösung versetzt) dazu und titriert mit 0,05 n ÄDTA-Lösung bis zum Verschwinden der Rosafärbung. Dann gibt man einen ÄDTA-Überschuß dazu, so daß man nachher 5—9 ml Eisenlösung zur Rücktitration braucht, und erhitzt auf 70°C. Die heiße Lösung wird mit Ammoniakpufferlösung gegen Methylrot neutralisiert, aufgekocht und dann abgekühlt. Dann versetzt man mit 10 ml Acetatpufferlösung (p_H 6) und titriert mit der Eisenlösung (4,8 g Eisenammoniumalaun und 2 ml Schwefelsäure im Liter Wasser) bis zur beständigen Ziegelrotfärbung.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1060 (1958) [Russisch]. Chem.-techn. Lab. Odessa (UdSSR). H. Nieswand

Bei der Analyse der Arsenide von Indium oder Gallium, der Antimonide von Indium, Rhenium oder ähnlicher Metalle, die keine Fremdbestandteile enthalten, kann man sich nach Ju. A. Černichov und T. V. Čerkašina[1] mit der Bestimmung der leichter zu erfassenden Bestandteile Antimon, bzw. Arsen begnügen. Die bromatometrische Titration dieser Metalle wird durch In, Ga oder Re nicht gestört. — *Analysengang.* Man erhitzt 0,1 g des feingepulverten Materials mit 15 ml konz. Schwefelsäure und etwa 3 g Ammoniumsulfat bis zum Verschwinden der schwarzen Teilchen, kühlt ab, läßt vorsichtig 90 ml Wasser zulaufen und erhitzt zum Sieden, wobei Indium- und Galliumsulfat vollständig in Lösung gehen. Man läßt auf etwa 80°C abkühlen, gibt 20 ml 1:1 verd. Salzsäure zu und titriert mit 0,1 n Kaliumbromatlösung potentiometrisch oder visuell gegen Methylrot als Indicator.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1057—1058 (1958) [Russisch]. Wiss.-Forsch.-Inst. f. seltene Metalle. K. Hertzog

Zur Bestimmung von Uran, Zirkonium, Magnesium und Eisen in Wismutlegierungen haben K. W. Kirby und R. H. A. Crawley[1] folgende Methoden ausgearbeitet. *Uranbestimmung.* Man löst 0,2 g der Probe in 2 ml Salpetersäure, dampft bis zur Kristallisation ein, fügt 1 ml Salzsäure zu und verdünnt die Lösung. Man fügt 2,5 g ÄDTA zu, macht ammoniakalisch, stellt mit verd. Essigsäure auf

p_H 7 ein, verdünnt auf etwa 50 ml, versetzt mit 2 ml 5%iger, alkoholischer Oxinlösung und extrahiert mit 5 ml Chloroform in einem Scheidetrichter. Man fügt nochmals 2 ml Oxinlösung zu und wiederholt die Extraktion mit je 5 ml Chloroform 2mal. Die vereinigten Extrakte werden mit Chloroform auf 20 ml im Meßkolben aufgefüllt. Durch Photometrierung bei 400 mμ gegen eine Reagentienblindlösung können 20—1000 ppm Uran in der Probe bestimmt werden. — *Zirkoniumbestimmung.* Man löst 0,5 g der Probe in 5 ml Salpetersäure (1 + 1) und dampft nach Zusatz von 0,75 ml Perchlorsäure bis zum Auftreten von weißen Nebeln und Kristallen ein. Die noch vorhandene Perchlorsäure wird durch 15 min langes Erhitzen auf genau 200° C entfernt. Nach dem Abkühlen gibt man 5 ml Wasser aus einer Bürette zur Auflösung der Salze zu, bringt die Lösung in einen 25 ml-Meßkolben, wäscht das Becherglas mit 9 ml Wasser (aus einer Bürette) aus, bringt die 9 ml Waschwasser in den Meßkolben, gibt noch 2,5 ml konz. Salzsäure und 5 ml 0,1%iger Alizarin S-Lösung in den Meßkolben, setzt diesen 3 min lang in ein siedendes Wasserbad, kühlt ab, füllt zur Marke auf und photometriert nach 15—30 min in 4 cm-Zellen bei 560 mμ. — *Magnesiumbestimmung.* 0,4 g der Probe werden in 5 ml Salpetersäure gelöst, nach Zusatz von 2 ml Perchlorsäure wird abgeraucht. Den Rückstand nimmt man in 10 ml 20%iger Salzsäure auf, setzt 10 ml 20%iger Ammoniumjodidlösung zu, überführt in einen Scheidetrichter und spült 2mal 5 ml Wasser nach. Jetzt extrahiert man 2mal nacheinander mit je 40 ml Methylisobutylketon das Wismut. Die wäßrige Phase wird in einen dritten Scheidetrichter übergeführt, mit 2 ml 2%iger Oxinlösung in 2 n Essigsäure, Ammoniak bis zur Einstellung von p_H 6—7 und 20 ml Chloroform versetzt und so noch vorhandenes Wismut, Uran, Zirkonium, Eisen, Nickel und Mangan extrahiert. Die Extraktion wird mit neuen 20 ml Chloroform wiederholt. Die wäßrige, das Magnesium enthaltende Phase wird auf 20 ml eingedampft, nach dem Abkühlen mit 1 ml der Oxinlösung in Essigsäure und 30 Tr. Ammoniak bis $p_H > 10$ versetzt und $^1/_2$ Std auf ein Wasserbad gestellt. Man läßt $^1/_2$ Std abkühlen, zentrifugiert, entfernt die überstehende Flüssigkeit, wäscht die Fällung 3mal mit je 3 ml 4%igem Ammoniak, löst die Fällung in 6 Tr. Salzsäure, gibt Wasser zu, füllt im Meßkolben auf 20 ml auf und photometriert in 1 cm-Zellen bei 365 mμ. — *Eisenbestimmung.* 0,5 g der Legierung werden in 1 ml Salpetersäure und 2 ml Wasser gelöst. Man dampft nach Zusatz von 1,5 ml Perchlorsäure bis zum Nebeln ein, kühlt ab, verdünnt mit 12 ml Wasser, überführt in einen 150 ml-Scheidetrichter, spült mit 4 ml Wasser nach und gibt noch 3 ml konz. Salzsäure und 10 ml Rhodanidreagens zu (20 g Ammoniumrhodanid in Wasser auf 80 ml + 2,5 ml 1 n Salzsäure, 2mal mit je 10 ml Methylisobutylketon ausgeschüttelt). Man extrahiert 2mal mit je 5 ml Methylisobutylketon. Die Extrakte werden in einem 20 ml-Meßkolben mit dem Keton zur Marke aufgefüllt und in 2 cm-Zellen bei 603 mμ gegen Wasser photometriert. Bis zu 80 ppm Fe lassen sich derart bestimmen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 363—368 (1958). Brit. Thomson-Houston Co. Ltd., Rugby (England). KLAUS BRODERSEN

Die spektrographische Bestimmung von Verunreinigungen in elementarem Tellur führen I. G. JUDELEVIČ und V. G. KOVALEVA[1] durch, indem sie Cadmiumchlorid als inneren Standard zusetzen (8% des Tellurgewichtes). Probe und Standard kommen in den Krater (5 × 4 mm) der unteren Kohleelektrode. Der Elektrodenabstand beträgt 3 mm, die Stromstärke 7—8 A, die Spaltöffnung 0,015 mm. Es können so Blei, Kupfer, Eisen, Aluminium, Wismut, Arsen, Zinn, Antimon und Silicium im Tellur bestimmt werden. Die Bestimmung von Se und S ist bisher nicht

gelungen. In der Tabelle sind die verwendeten Analysenlinien, die Konzentrationsbereiche und die Fehlergrenzen zusammengestellt.

Tabelle

Zu bestimmende Elemente	Analysenlinien (Å)	Konzentrationsbereiche (Gew.-%)	Fehlergrenze ±%
Blei	Pb 2663,16 — Cd 2677,64	5—0,1	7,2
Kupfer	Cu 3273,96 — Cd 3252,53	0,5—0,01	9,1
Eisen	Fe 3037,39 — Cd 3133,17	1—0,04	6,3
Aluminium	Al 3082,15 — Cd 3133,17	1—0,1	7,8
Wismut	Bi 2897,98 — Cd 3133,17	5—0,5	5,4
Arsen	As 2349,84 — Cd 2329,28	0,5—0,05	6,1
Silicium	Si 2516,12 — Cd 2677,64	0,3—0,02	12,1
Antimon	Sb 2877,91 — Cd 2836,91	0,1—0,01	—
Zinn	Sn 2839,99 — Cd 2836,91	0,1—0,01	—

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 754 (1958) [Russisch]. Bleiwerk „Kalinin", Čimkentsk (UdSSR). H. WUNDERLICH

Eisen, Stahl. *Die Spektralanalyse von Stählen und Thomas-Gußproben nach der Profilierungsmethode* behandeln M. D. E. JONCKERS und A. DANIËLS[1]. Bei diesem von R. BRECKPOT[2] entwickelten Verfahren werden die Profile der Analysen- und Bezugslinien registriert. Der Spalt des Spektrographen wird senkrecht zur optischen Achse hin- und herbewegt, und dadurch gleitet das Spektrum über die Eintrittsspalte der SEV, mit denen so die Profile der darauf eingestellten Linien gemessen werden können. Man kann auf diese Weise die Dipersion und das Auflösungsvermögen des benutzten Philips-Quarzspektrographen von 1,65 Å/mm bei 2136 Å voll ausnützen. Trotz der Störung durch die eng benachbarte Kupferlinie Cu II 2135,98 Å lassen sich noch einwandfreie Phosphorbestimmungen mit Hilfe der P I-Linie 2136,19 Å durchführen; bei P-Gehalten von 0,05% erhebt sich die Linie noch um den Faktor 10 über den benachbarten Untergrund, auch wenn der Kupfergehalt der Proben das bis zu 7fache des Phosphorgehaltes erreicht. Die Anregung erfolgt in diesem Fall im Gleichstrombogen mit stiftförmigen, zugespitzten Elektroden. Bei Thomasproben mit mehr als 1,5% P kann auch mit Funken gearbeitet werden. Weiter behandeln die Verff. die Bestimmung von Mangan mit der Linie Mn I 2933,06 Å, Silicium mit der Linie Si I 2516,12 Å und von Kohlenstoff mit der Linie C III 2296,86 Å. Diese Linie wird allerdings gestört durch drei unmittelbar benachbarte Fe-Linien, die jedoch wie ein allgemeiner Untergrund behandelt und bei der Eichung berücksichtigt werden können. Weiterhin stören aber noch zwei empfindliche Nickellinien, deren Intensität jedoch durch Anregung im energiereichen Funken neben der Kohlenstofflinie soweit gedrückt wird, daß sie bei den in den Stählen und Thomasproben anfallenden Nickelgehalten nicht stören. Als Bezugsintensität wird das an einer Prismenfläche reflektierte Gesamtlicht verwendet. Die den Verff. unerklärliche Feststellung, daß dessen Intensitätsschwankungen zwar denen der Mn- und P-Linien, aber nicht denen der Kohlenstofflinie entsprechen, dürfte auf deren unterschiedlichen zeitlichen Intensitätsverlauf zurückzuführen sein, und zeigt wieder einmal, daß dieses polychromatische nicht dispergierte Bündel nur mit großer Vorsicht als Bezugsintensität verwendet werden darf. Sehr merkwürdig wirkt auch ein Hinweis auf scheinbare Änderungen der Kohlenstoffwerte mit der Temperatur des Kondensators im Funkenkreis, woraus Ref. auf hohe Empfindlichkeit der C III-Linie gegen Änderungen von Frequenz und Dämpfung schließen möchte, wofür auch deren hohe Anregungsenergie spricht. Eine

tabellarische Übersicht zeigt die Arbeitsbedingungen, die dann im weiteren Text ausführlich behandelt werden. Einige Hinweise auf die Struktur und Eigenschaften der Gußproben und ihre Herstellung erläutern die Wichtigkeit eines homogenen Gusses. Für die Analyse werden wahlweise stiftförmige oder flache Kegelstumpf-Elektroden verwendet. Es folgen noch einige sehr unübersichtliche Angaben über die Fehlergrenze der Bestimmungen, die bei maximal 7,5% liegen dürfte.

[1] Rev. Metallurgie **55**, 601—612 (1958). — [2] Siehe auch diese Z. **149**, 439 (1956).

J. VAN CALKER

Die Spektralanalyse von Gußeisen mit Hilfe des Wechselstrombogens empfiehlt L. N. PLJUŠČEVA[1]. Die Analyse wird nach der Dreistandardmethode durchgeführt. Die ausgewerteten Analysenlinien und die Konzentrationsbereiche sind in der Tabelle zusammengefaßt. Nickelgehalte über 0,5% müssen chemisch bestimmt werden. Das Verfahren ist auch auf niedrig legierte Stähle anwendbar, in diesem Fall wird zur Siliciumbestimmung das Linienpaar Si 2506,90/Fe 2507,90 Å herangezogen.

Tabelle

Linienpaare (Å)	Konzentrationsbereich (Gew.-%)
Si 2519,21 — Fe 2518,10	1,0—3,0
Mn 2939,30 — Fe 2926,59	0,3—1,2
Mn 2933,06 — Fe 2926,59	0,5—2,0
Cr 2849,88 — Fe 2845,54/59	0,2—2,0
Cr 2677,16 — Fe 2689,21	bis 0,5
Ni 3050,82 — Fe 3053,0	0,01—0,5

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 459 (1958) [Russisch].

H. WUNDERLICH

Vergleichende Bewertung der Bestimmungsverfahren für Oxydeinschlüsse in Stahl. V. A. MČEDLIŠVILI[1] weist in Versuchen nach, daß von den bekannten Verfahren zur anodischen Ausscheidung der oxydischen Einschlüsse im Stahl die Verfahren von P. KLINGER und W. KOCH[2] sowie von G. R. FITTERER[3] und JU. T. LUKAŠEVIČ-DUVANOVA[4] die zuverlässigsten sind. Die mehrfach geäußerte Annahme, daß dabei eine Ausscheidung von Sauerstoff an der Anode erfolgt, erwies sich als experimentell nicht begründet. Nach beiden Verfahren lassen sich die Oxyde in gleicher Weise ausscheiden und von Carbiden durch Magnete reinigen (mit nachfolgendem Auswaschen auf dem Uhrglas). Mit Naßverfahren lassen sich die Carbide im Anodenrückstand nicht gut zersetzen. Am zuverlässigsten erwies sich die Zersetzung der Carbide durch Erhitzen auf 250° C im Strom von gereinigtem Chlorgas und anschließendem Abdestillieren der Chlorierungsprodukte im Vakuum, worüber eingehend berichtet wird.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1171—1178 (1958) [Russisch]. Metallurg. Baikov-Inst. Akad. Wiss. UdSSR. — [2] Arch. Eisenhüttenw. **11**, 563 (1937/38); **15**, 257 (1941); vgl. diese Z. **122**. 137 (1941). — [3] HERTY, C. H., G. R. FITTERER u. W. MARSHALL: Min. Metallurg. Invest., Bull. 44 (1929); FITTERER: Min. Metallurg. Invest. Bull. 51 (1931); Techn. Publ. 440. — [4] Metallurg Nr. 5. 19 (1936) [Russisch].

A. v. WILPERT

Für die photometrische Bestimmung des Kupfers in Eisen und Stahl verwenden L. N. LAPIN und N. V. REIS[1] die sehr empfindliche Cu-Reaktion mit Diphenylcarbazon, wobei die Komplexverbindung in Benzol gelöst und das Eisen in eine Phosphatkomplexverbindung übergeführt wird. Die Bildung der Cu-Diphenylcarbazonverbindung verläuft optimal bei p_H 4—5. Das Lambert-Beersche Gesetz wird von der roten Lösung befolgt. Diphenylcarbazon bildet unter diesen Bedingungen keine in Benzol löslichen Verbindungen mit den Ionen Ag^+, $AuCl_4^-$, Zn^{2+}, Al^{3+}, Sn^{2+}, $V_2O_7^{4-}$, Sb^{3+}, Bi^{3+}, WO_4^{2-}, UO_2^{2+}, F^-, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Co^{2+},

Ni^{2+}, Cr^{3+}, $PtCl_6^{2-}$, $B_4O_7^{2-}$, Ti^{4+}, Tl^{+}. Mit Hg reagiert Diphenylcarbazon nur in Abwesenheit von Chloriden, mit Mo, Cd und Pb nur bei mehrere tausendmal höheren Konzentrationen als Kupfer. Die Reaktion ist also weitgehend spezifisch, der Bestimmungsfehler beträgt in Eisen und Stahl nicht über 4%. — *Ausführung.* 100—250 mg der Probe werden im Kjeldahlkolben mit 4 ml doppelt dest. Wasser und je 1 ml konz. Schwefel- und Salpetersäure (falls schwerlöslich, wird noch 1 ml konz. Salzsäure zugegeben) unter Erwärmen gelöst. Man kühlt ab, setzt 0,5 ml Perhydrol zu und erhitzt erneut bis zum Aufhören der Gasentwicklung. Man kühlt, setzt je 1 ml konz. Schwefel- und Salpetersäure hinzu und füllt im Meßkolben auf 250 ml auf. 2 ml dieser Lösung versetzt man mit 0,2 g Monokaliumphosphat, danach mit 0,5 ml alkalischer Phenolphthaleinlösung (10 mg + 1 ml konz. Ammoniak + 9 ml Wasser). Man neutralisiert mit NH_3, setzt noch die doppelte Menge davon hinzu, schüttelt bis zum völligen Aufklaren, neutralisiert tropfenweise mit gesätt. KH_2PO_4-Lösung (ggf. mit festem Salz), ergänzt mit Wasser auf 15 ml, schüttelt mit 5 ml Diphenylcarbazonlösung in Benzol (10 mg in 100 ml Benzol, mit etwas Pyridinzusatz) und photometriert nach 1 min mit Filter S 53 gegen die Diphenylcarbazonlösung als Vergleichslösung. Die Eichkurve wird mit $CuSO_4$-Lösungen von bekanntem Gehalt unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. Wesentlich sind völlig klare Lösungen sowie Säuberung aller Gefäße von Kupfer (mit Schwefelsäure, Ammoniak) sowie Verwendung doppelt dest. Wassers.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 426—429 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Medizin. Inst., Samarkand (UdSSR). A. v. Wilpert

Über Schnellverfahren zur Bestimmung von Blei in Automatenstahl berichten S. Meyer und O. G. Koch[1]. — *Gravimetrisches Verfahren.* 5 g Stahl werden in 100 ml verd. Schwefelsäure (1 + 5) gelöst. (Bei Stählen mit C-Gehalten über 0,4% wird auf 50 ml eingeengt, mit 5 ml 30%iger H_2O_2-Lösung versetzt und 3 min gekocht.) Nach dem Kühlen setzt man 50 ml Äthanol zu, schüttelt bis sich Eisen(II)-sulfatkristalle ausscheiden und filtriert den das Bleisulfat enthaltenden Kristallbrei durch ein mit Filterschleim versehenes Filter. Die Eisen(II)-sulfatkristalle löst man mit Schwefelsäurewaschwasser [850 ml Wasser + 50 ml Schwefelsäure (D 1,84) + 100 ml Äthanol], kocht den eisenfrei gewaschenen Bleisulfatniederschlag etwa 10 min samt Filter mit 30 ml Ammoniumacetatlösung (350 g/l) und filtriert die Flüssigkeit nach Zugabe von 10 ml Ammoniak (D 0,91). Im Filtrat kann das Blei am besten und schnellsten bestimmt werden, indem man nach Erhitzen zum Sieden tropfenweise mit Ammoniummolybdatlösung als Bleimolybdat fällt und dieses wägt. Der Zeitbedarf für das Gesamtverfahren beträgt etwa 2—2½ Std. Mit diesem abgekürzten Verfahren wird dieselbe Genauigkeit erreicht wie mit den im Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium[2] beschriebenen umständlicheren Verfahren (Zeitbedarf 6 Std bis 2 Tage). — *Zur unmittelbaren photometrischen Bestimmung* empfehlen Verff. eine Abänderung des Bleijodidverfahrens von I. Bozsai und E. Kopócsy[3]. — *Arbeitsvorschrift.* Bei Pb-Gehalten von 0,025—0,250% werden 2 g, bei höheren Gehalten 1 g eingewogen und in 20 ml Perchlorsäure (3 + 4) gelöst. Dann überführt man in einen 50 ml-Meßkolben, gibt zur Abscheidung von Kupfer etwa 0,5 g Ferrum reductum zu, kühlt während 3—5 min auf 20° C ab und füllt zur Marke auf. Nach dem Filtrieren durch Schl. & Sch.-Schwarzbandfilter pipettiert man 10 ml in einen mit 25 ml Phosphorsäure (D 1,7) und 1 ml täglich frisch bereiteter, 1%iger wäßriger Gelatinelösung beschickten 50 ml-Meßkolben (Gelatine verhindert die spätere Ausfällung von Bleijodid). Nach dem Abkühlen auf 15° C versetzt man mit 5 ml 2,5%iger wäßriger KJ-Lösung, mischt, fügt sofort 0,5 ml $SnCl_2$-Lösung [100 g $SnCl_2 \cdot 2\,H_2O$ + 100 ml Salzsäure (D 1,19) im Liter] zu (um etwa freigewordenes Jod zu reduzieren), füllt sofort mit Wasser zur Marke

auf, mischt und filtriert durch Schl. & Sch.-Weißbandfilter. Die Vergleichslösung wird nach derselben Vorschrift aus bleifreiem Stahl hergestellt. Nach 10—15 min werden Probe- und Vergleichslösung gegeneinander im Elko II (2 cm-Küvetten, Glühlampe, Filter S 42) photometriert. Der Zeitbedarf beträgt 45 min. Die sorgfältige Einhaltung der Reihenfolge der Reagenszusätze und der übrigen Bedingungen ist unbedingt erforderlich. Die Standardabweichung der erhaltenen Werte beträgt bei Bleigehalten von 0,2% im Durchschnitt 0,003% Pb. — Der Unterausschuß für analytische Fragen im Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute erhielt bei Überprüfung der Verfahren zufriedenstellende Resultate, wenn auch die von den Verff. angegebenen Analysenzeiten erheblich überschritten worden sind. Das photometrische Verfahren muß wegen der Temperaturabhängigkeit besonders sorgfältig durchgeführt werden.

[1] Arch. Eisenhüttenwes. **29**, 677—682 (1958). Neunkircher Eisenwerk AG, Neunkirchen (Saar). — [2] Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium, hrsg. vom Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute. Bd. 2. Die Untersuchung der metallischen Stoffe. Düsseldorf 1941. — [3] Magyar Kémiai Folyóirat **62**, 12 (1956); vgl. diese Z. **154**, 75 (1957). R. Ellmer

Die Bestimmung von Spuren Zink in Eisenmetallen führt J. Migeon[1] nach Extraktion mit Dithizon auf polarographischem Wege aus. Eisen und Mangan werden vorher durch Fällung mit Ammoniak-Ammoniumchlorid entfernt, Kupfer wird elektrolytisch abgeschieden, letzte Reste davon werden mit Dithizon aus 0,1 n salzsaurer Lösung ausgeschüttelt. Nickel und Kobalt werden beim Extrahieren des Zinks durch KCN maskiert. — *Ausführung.* Man löst 2,5 g der Probe mit 50 ml Salpetersäure (1:1), versetzt die Lösung mit 125 ml einer Pufferlösung (600 ml Ammoniak [D 0,92] und 53 g NH_4Cl zum Liter verdünnt) und 1 g Ammoniumperoxydisulfat, verdünnt im Meßkolben auf 250 ml und zentrifugiert nach einiger Zeit. 200 ml der Lösung engt man ein, bringt mit 20 ml Salpetersäure (D 1,38) völlig zur Trockne, nimmt den Rückstand mit 20 ml Salpetersäure auf, dampft noch einmal zur Trockne ein und löst zum Schluß mit 12 Tropfen Salpetersäure und 12 Tropfen Schwefelsäure (D 1,84). Man verdünnt auf 50 ml, elektrolysiert 45 min mit 0,4 Amp., dampft dann die Lösung zur Trockne ein, nimmt mit 10 ml 0,1 n Salzsäure auf, neutralisiert mit Ammoniak (D 0,92) und gibt 10 ml 0,1 n Salzsäure hinzu. Aus dieser Lösung extrahiert man nach Zugabe von 1 g Hydroxylamin die letzten Reste des Kupfers mit 30 ml Dithizonreagens (s. u.), neutralisiert die wäßrige Lösung mit Ammoniak gegen Bromkresolgrün, gibt 3 ml 5%ige KCN-Lösung hinzu, säuert mit Salzsäure (D 1,19) gegen Helianthin an und fügt Bromkresolpurpur und so viel 2 m Natriumacetatlösung hinzu, daß die Lösung blau ist. Dann extrahiert man mit Dithizon, gibt die organische Schicht in 40 ml 0,02 n Salzsäure, schüttelt, damit das Zink in die wäßrige Phase geht, trennt die organische Schicht ab und extrahiert die salzsaure Zinklösung noch einmal auf die gleiche Weise, um Co und Ni völlig zu entfernen. Dann raucht man die zinkhaltige Lösung mit 5 Tropfen Perchlorsäure (D 1,61) und 5 Tropfen Schwefelsäure (D 1,84) bis zum Auftreten weißer Nebel ab, um die organische Substanz zu zerstören, nimmt mit Wasser auf, neutralisiert, gibt zusätzlich 3,7 ml Ammoniak (D 0,92) hinzu und verdünnt im Meßkolben auf 50 ml unter Zusatz von 5 Tropfen 0,5%iger Gelatinelösung. Von der Lösung bringt man 10 ml in die Zelle des Polarographen, leitet 5 min Stickstoff hindurch und mißt. Zu weiteren 10 ml gibt man 1 ml der Eichlösung (5, 10 oder 20 μg Zn/ml) und mißt ebenso. Der Gehalt an Zink ergibt sich nach der Gleichung $\mu g\ Zn = a \cdot h_1 \cdot 50/(11h_2 - 10h_1)$, wobei a den Gehalt der Eichlösung in Mikrogrammen Zn, h_1 das Potential von 10 ml Probelösung und h_2 das der Probelösung + Eichlösung angibt. Mit den Reagentien muß ein Blindwert ermittelt

werden. — Zur *Darstellung des Dithizonreagenses* löst man 50 mg Dithizon in 200 ml CCl_4, extrahiert mit 200 ml 2%igem Ammoniak, säuert an und schüttelt das Dithizon zweimal mit je 250 ml CCl_4 wieder aus.

[1] Chim. analytique **40**, 287—292 (1958). IRSID, Saint Germain-en-Laye (Frankreich). G. Denk

Für die schwierige Bestimmung kleiner Gehalte von Antimon, Zinn und Arsen in Ferrowolfram wenden H. Gotô, Y. Kakita und M. Sase[1] photometrische Verfahren an, die sie im einzelnen schon früher beschrieben haben. Antimon wird mit Methylviolett angefärbt und mit Amylacetat extrahiert[2]. Zinn wird mit Kakothelin[3] und Arsen nach dem Molybdänblauverfahren bestimmt[4]. Da Kupfer, Vanadium, Chrom, Molybdän, Wolfram und Eisen die Antimon- und Zinnbestimmung und Phosphor und Silicium die Arsenbestimmung stören, werden in schwach schwefelsaurer Lösung in Gegenwart von Weinsäure die drei Elemente durch Schwefelwasserstoff als Sulfide gefällt. Dabei fallen Kupfer und Molybdän mit. Während Arsen direkt in einem Teil der gelösten Sulfidfraktion bestimmt werden kann, werden Antimon und Zinn durch eine Mangandioxydfällung mitgefällt und so von Molybdän und Kupfer getrennt und einzeln bestimmt. — Untersucht wurden drei Ferrowolframproben mit Gehalten von 0,00029—0,00158% Sb, 0,106—0,346% Sn und 0,011—0,046% As. Es werden die Ergebnisse dreier Einzelbestimmungen mitgeteilt. Die größte Abweichung wird beim Zinn gefunden, wo die Werte für die kleinste Konzentration zwischen 0,094 und 0,118% Sn liegen.

[1] Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A, **10**, 207—211 (1958). Res. Inst. Iron, Steel and Other Metals (Japan). — [2] Gotô, H., u. Y. Kakita: J. Japan Inst. Metals **16**, 560 (1952); J. chem. Soc. Japan **73**, 399 (1952); vgl. auch diese Z. **139**, 220 (1953). — [3] Gotô, H., u. Y. Kakita: J. Japan Inst. Metals **17**, 220, 223 (1953). — [4] Kakita, Y.: J. Japan Inst. Metals **8**, 415 (1944); vgl. auch diese Z. **135**, 138 (1952). S. Eckhard

Zur polarographischen Bestimmung von Kupfer und Eisen nebeneinander in Nickel, Aluminium und ihren Salzen verwenden J. Doležal und J. Novák[1] als Grundelektrolyt das bereits früher[2] empfohlene Lösungsgemisch von Äthylendiamintartrat und Alkalipyrophosphat. Es wird jetzt in der Konzentration von 0,8 m Äthylendiamintartrat + 0,08 m Kaliumpyrophosphat angewendet. Nickel bleibt darin noch in Konzentrationen von 0,2 m in Lösung. In dem Grundelektrolyt sind die Wellen von Cu und Fe gut voneinander getrennt. Ihre Höhen und Halbwellenpotentiale werden zwar durch die anwesenden Überschüsse an Ni bzw. Al etwas beeinflußt, die Einflüsse werden aber durch die Eichung nach der Methode der Standardzusätze beseitigt. Die Bestimmungen im Nickel sind mit einem durchschnittlichem Fehler von ± 0,08%, im Aluminium mit ± 0,1% belastet. Die Methode eignet sich auch zur Untersuchung verschiedener Ni- und Al-Legierungen. — *Ausführung.* Bei der *Untersuchung von Nickelmetall* betragen die Einwaagen 0,5 g (bei Gehalten von mehr als 1% Cu und 2% Fe), bzw. 4—5 g (bei Gehalten von über 0,05% und 0,1% Fe). Man löst die Einwaage in Salpetersäure und füllt im 100 ml-Meßkolben mit Wasser bis zur Marke auf. Von dieser Lösung pipettiert man zweimal je 5 ml in zwei 25 ml-Meßkolben ab, stellt mit NaOH-Lösung auf etwa p_H 6 ein, fügt dann 10 ml 2 m Äthylendiamintartratlösung und 2 ml 1 m Kaliumpyrophosphatlösung hinzu, bringt den p_H-Wert erneut auf etwa 6 und füllt schließlich den ersten Kolben mit Wasser bis zur Marke auf. Der ausgefallene Niederschlag löst sich bei heftigem Schütteln. Vor dem Auffüllen des zweiten Meßkolbens gibt mna Standardlösungen von $CuSO_4$ und $Fe_2(SO_4)_3$ in gemessenen Mengen zu. Nach dem Entlüften mit Stickstoff polarographiert man von 0 bis —0,7 V bei

geeigneter Empfindlichkeit des Galvanometers. — Zur *Bestimmung* von mehr als *0,5%* *Cu* und mehr als *1%* *Fe in Aluminium* und seinen Salzen wägt man 1,2—1,4 g der Probe ein. Kleinere Gehalte an Cu und Fe können nicht mehr zuverlässig bestimmt werden. Der weitere Arbeitsvorgang ist der gleiche wie bei der Untersuchung von Nickel.

[1] Chem. Listy **52**, 1353—1354 (1958) [Tschechisch]. Univ. Prag (ČSR). — [2] Doležal, J., u. P. Hofmann: Chem. Listy **48**, 1325 (1954); vgl. diese Z. **147**, 70 (1955). M. Hřivnáč

Spektralanalytische Bestimmung von Calcium, Magnesium, Aluminium, Silicium und Zinn im affinierten Platin und Palladium. Bei dem von S. A. Borovik, A. V. Babaeva, N. I. Ušakova und R. I. Rudij[1] beschriebenen Verfahren werden die Proben in Lösung übergeführt und die Lösungen nach dem Verfahren von S. A. Borovik und T. F. Borovik-Romanova[2] analysiert. Die Lösungen werden im Wechselstrombogen zerstäubt, die Spektren im Hilger-Spektrographen mittlerer Dispersion aufgenommen. Bei der Herstellung der Eichkurven wurde Platin in Form des Blomstrand-Salzes (cis-Dinitrodichlordiammin-Pt), Palladium als Palladosammin angewandt. Die zur Analyse verwendeten Linienpaare sind: bei der Untersuchung von Platin: Ca II 3933,67/Pt I 3966,36; Mg II 2802,7/Pt I 2803,24; Al I 3961,52/Pt I 3966,36; Si I 2881,58/Pt I 2893,87; Sn I 3034,12/Pt I 3036,43; bei der Untersuchung von Palladium: Ca II 3933,67/Pd I 3958,64 oder 3922,96; Mg I 2852,13/Pd II 2854,58; Al I 3961,52/Pd I 3958,64; Sn I 3034,12/Pd II 3032,08; Si I 2881,58/Hintergrund. Die mittleren Fehler sind bei Ca, Al und Mg $\pm$ 6, bei Si und Sn $\pm$ 9%. Die Empfindlichkeiten betragen: Ca 10^{-5}, Si und Al 10^{-4}, Mg $3 \cdot 10^{-5}$, Sn $3 \cdot 10^{-4}$ %. Durch Extrapolieren können 0,0005% Mg bzw. 0,001% Ca im Pt- und Pd-Muster nachgewiesen werden.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 580—582 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. allg. u. anorgan. Chem., Akad. Wiss. UdSSR, Moskau. — [2] Izv. Akad. Nauk, SSSR, Ser. Phys. **14**, 665 (1950). A. v. Wilpert

Die Anwendung einer Spezialapparatur für Schnellanalysen von abgebauten Erzen mittels γ-Strahlung beschreiben L. N. Posik und I. M. Tenenbaum[1]. Im wesentlichen besteht die Apparatur, die je nach der Art des vorliegenden Meßproblems in zwei Ausführungsformen zur Anwendung kommt, aus zwei Kassetten nebst zugehörigem Meßteil. In den Kassetten befinden sich γ-empfindliche GM-Zählrohre des Typs MC-9 mit einem entsprechenden Vorverstärker. Im Meßteil gelangen die den Vorverstärker verlassenden Impulse über einen Impulsformer und Integrator zur Anzeige. Die Kassetten sind so konstruiert, daß man direkt vor Ort die abgebauten Erze in den im Bergbau üblichen Verladeeinrichtungen (Hunde, LKW, etc.) analysieren kann. Die Analyse erfolgt mit Hilfe der γ-Strahlung des das Erz begleitenden aktiven Materials. Vor allem wird hierbei an die *Uranreihe* gedacht, in der *Uran* mit seinen natürlichen Folgeprodukten im Gleichgewicht steht. Eine Eichung der Anlage geschieht mit Hilfe von Standards, die den einzelnen Erzsorten bzw. Klassen entsprechen und die eine Intensitätsmessung der jeweiligen γ-Strahlung in Abhängigkeit vom Urangehalt der Standards erlauben. Als Eichkurven ergeben sich somit graphische Darstellungen der Abhängigkeit des Zeigerausschlags des Geräts vom Urangehalt der Standards. Die Berechnung des Metallgehaltes unbekannter Proben q_x geschieht in der Weise, daß man den bekannten Metallgehalt q_{st} desjenigen Standards, dessen Strahlungsintensität am wenigsten von der Probe abweicht, zu dem unbekannten Metallgehalt der Probe in Beziehung setzt. Eine systematische Tabellierung der Standardmessungen erlaubt hierbei eine Erhöhung der Genauigkeit und Schnelligkeit. Um systematische Fehler dieser Methode zu ermitteln, sind die

Ergebnisse statistisch auszuwerten und mit dem Ergebnissen von chemischen Kontrollanalysen zu vergleichen. Beim Vorliegen systematischer Fehler wird ein Korrekturfaktor eingeführt, der gegeben ist durch das Verhältnis: $K = m_x/m_r$, wo m_x bzw. m_r das arithmetische Mittel der Gehalte nach den Kontroll- bzw. radiometrischen Schnellanalysen einer jeden Klasse bedeuten. Wird lediglich auf eine Trennung der Abbauprodukte in Erz und taubes Gestein Wert gelegt, eignet sich die Methode, um den Klassierungsprozeß zu automatisieren. Der Fehler, der diesem Verfahren anhaftet, wird für normale technische Bedingungen mit $\pm 5\%$ angegeben. Es darf jedoch nicht übersehen werden, daß es sich hierbei jeweils um einen Mittelwert über mehrere Proben handelt, der außerdem durch die Einführung mittlerer Korrekturfaktoren eingeengt worden ist. Der Einzelfehler kann bedeutend größer sein (durchschnittlich $\pm 25\%$). Eine weitere Anzahl meßtechnischer Möglichkeiten für den bergbaulichen Betrieb wird ebenfalls erwähnt: z. B. Berechnung der Förderausbeute, Sortierung der Erzmassen nach Qualität, Kontrolle des Haldengesteins, usw. Diese stellen jedoch nur mehr oder weniger Varianten der grundlegenden Methode dar.

[1] Kernenergie **1**, 294—300 (1958). H. Reuter

Die Bestimmung des Urangehaltes von Gesteinen mittels carbonatischer Trennung ist, wie E. Upor, L. Fekete und Gy. Nagy[1] beobachteten, nach Zugabe eines Thoriumsalzes ausführbar, da hierdurch das auf Eisen- und Aluminiumhydroxyd adsorbierte Uran mit Sodalösung auswaschbar wird. Es wird daher aus der Lösung des Gesteins Uran mit carbonatfreiem Ammoniak gefällt, 20 mg Thorium entsprechendes Thoriumsalz zugegeben und nach 20—30 min filtriert. Der Niederschlag wird mit Ammoniumsulfat enthaltendem 0,5%igem Ammoniak, dann mit heißer 5%iger Sodalösung gewaschen. Uran gelangt somit in Lösung, diese wird mit Schwefelsäure angesäuert, im Jones-Reduktor reduziert und die ablaufende Lösung in Gegenwart von Phenylanthranilsäure mit Ammoniumvanadat titriert.

[1] Magyar Kémikusok Lapja **13**, 305 (1958) [Ungarisch]. Pécsi Uránbánya Vállalat. J. Plank

Zur photometrischen Bestimmung kleiner Mengen Wolfram in Erzen u. ä. Material raucht J. B. Pollock[1] die Substanz mit Flußsäure ab, schmelzt mit Soda, zieht mit Wasser aus, stellt p_H 1,65 ein, gibt zur Lösung Rhodamin B und mißt die Extinktion des entstehenden Farbkomplexes bei 600 mμ. Durch Gummi arabicum wird die Farbe stabilisiert. 0,05—5% WO_3 können noch erfaßt werden. Der störende Einfluß von Zinn kann vermindert werden, wenn die Extinktion bereits nach 30—40 min gemessen wird. Die Wirkung von Aluminium wird durch Zugabe einer Aluminatlösung zu den Blind- und Eichlösungen kompensiert. — *Ausführung.* Man dampft 0,5 g der Probe, die etwa 0,2—1% WO_3 enthalten soll, mit 5—10 ml Flußsäure und 4 Tr. 50%iger Schwefelsäure dreimal zur Trockne ein, glüht den Rückstand im bedeckten Tiegel, gibt zu dem abgekühlten und gepulverten Rückstand 4 g Na_2CO_3 und schmelzt 2—3 Std im bedeckten Tiegel. Den Rückstand löst man unter Erwärmen mit 50—60 ml Wasser, verdünnt im Meßkolben auf 100 ml und filtriert. — In 25 ml dieser Lösung stellt man mit 20%iger Salzsäure p_H 1,65 ein (p_H-Meter vor und nach den Messungen gegen eine Pufferlösung mit p_H 4 eingestellt). Ein Zuviel an Säure kann nicht mehr rückgängig gemacht werden. Dann fügt man unter Rühren 25 ml Rhodamin B-Lösung (siehe unten) hinzu und nach 1 Std 5 ml einer Lösung von 1 g Gummi arabicum in 100 ml Wasser und verdünnt im Meßkolben auf 100 ml. Nach 3 Std mißt man die Farbintensität in einer 4 cm-Zelle bei 600 mμ gegen eine Blindlösung. Enthält die Probe 1—5% WO_3, so verwendet man einen entsprechend kleineren aliquoten Teil. — Zur Darstellung

der *Blindlösung* füllt man so viel einer Aluminatlösung (0,625 g Al_2O_3 + 10 g Na_2CO_3; nach dem Aufschluß auf 250 ml verdünnt), wie dem Aluminiumgehalt der Probe entspricht, mit 4%iger Sodalösung auf 25 ml auf und verfährt weiter wie oben beschrieben. Ist der Gehalt an Al völlig unbekannt, so verwendet man 8,5 ml der Aluminatlösung. — In gleicher Weise werden unter Zusatz entsprechender Mengen an Aluminatlösung auch die *Eichlösungen* bereitet. — Zur Darstellung der *Reagenslösung* rührt man 0,2 g Rhodamin B 1 Std mit 950 ml Wasser, verdünnt im Meßkolben zum Liter und filtriert. Man setzt mehrere Lösungen gleichzeitig an und mischt sie; in dunkler Flasche sind sie mehrere Wochen haltbar.

[1] Analyst **83**, 516–522 (1958). Geol. Survey, Entebbe (Uganda). G. Denk

Eine Anzahl modernerer Methoden zur raschen Bestimmung der Kieselsäure in natürlichen Silicaten, wie Feldspäten, Kaolin, Ton, Chamotteerden, wurde von I. A. Voinovitch[1] kritisch geprüft. Die gravimetrischen Verfahren von J. A. Brabson und Mitarb.[2], M. Armand und J. Berthoux[3] und das volumetrische von H. N. Wilson[4] zeigten etwas zu große Schwankungen. Bessere Werte wurden mit der volumetrischen Bestimmung von I. Sajó[5], der gravimetrischen von P. Longuet und L. Burglen[6], der colorimetrischen von W. E. Bunting[7] und der spektrographischen von A. M. Morand und L. Kiehl[8] erhalten. — Die von Longuet und Burglen für *Zementanalysen* ausgearbeitete Methode, bei der SiO_2 mit Salzsäure-Gelatine abgeschieden wird, wurde etwas abgeändert, um auch die oben erwähnten Mineralien analysieren zu können. — *Ausführung.* Man schließt 0,5–1 g der Probe mit 4–5 g $KNaCO_3$ auf, löst in einem Pyrexgefäß mit 150–200 ml warmem Wasser und 25 ml konz. Salzsäure, dampft auf dem Wasserbad ein, nimmt mit 35 ml konz. Salzsäure auf, kocht 6 min und gibt schließlich 2 ml konz. Salzsäure und 15 ml Wasser dazu. Dann versetzt man die Lösung bei 50° C mit 10–12 ml 3%iger Gelatinelösung, rührt um, filtriert nach 5 min, wäscht 5–6 mal mit einer 60°–70° C warmen Lösung, die 2 ml konz. Salzsäure und 2 ml der Gelatinelösung im Liter enthält und wägt nach dem Veraschen und Glühen. Zur Prüfung auf Reinheit raucht man den Rückstand mit 5–10 Tropfen 50%iger Schwefelsäure und 20 ml Flußsäure ab.

[1] Chim. analytique **40**, 332–339 (1958). Centre Nat. d'Etudes et Rech. Céramiques (Frankreich). — [2] Analyt. Chemistry **20**, 504 (1948). — [3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 510 (1953); vgl. diese Z. **145**, 59 (1955). — [4] Analyst **74**, 243 (1949); vgl. diese Z. **131**, 372 (1950). — [5] Acta chim. Acad. Sci. hung. (Budapest) **6**, 233, 243 (1955); vgl. diese Z. **152**, 240 (1956); **153**, 128 (1956). — [6] Rev. Matér. Construct. (Paris) **1955**, 474. — [7] Ind. Engng. Chem. anal. Edit, **16**, 612 (1944); vgl. diese Z. **144**, 395 (1955). — [8] Bull. Soc. franç. Céram. **1955**, 3. G. Denk

Bei der Thorium- und Uranbestimmung in Sandsteinen empfehlen V. I. Kuznecov, G. I. Malofeeva und I. V. Nikol'skaja[1] das Aufschlußverfahren mit Säure. Man füllt 1 g der feingepulverten (200 mesh) Silicatprobe in eine Ampulle, spült mit 10 ml Salzsäure (D 1,19) nach (bei Gegenwart von Carbonaten wird das Aufhören der CO_2-Entwicklung abgewartet), dann schmelzt man zu, wobei darauf zu achten ist, daß das Glas wenigstens 2–3 mm dick ist und keine Kratzer enthält. Die Ampulle wird in eine Eisenschutzhülle gebracht und danach im Trockenschrank bei 180–200° C 2 Std erhitzt. Nach dem Öffnen der erkalteten Ampulle bestimmt man das Thorium colorimetrisch mit Arsenazo, das Uran nach dem Luminescenzverfahren.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1178–1179 (1958) [Russisch]. Vernadsky-Inst., Akad. Wiss. UdSSR. A. v. Wilpert

Zur Bestimmung von Thorium und Uran in Monazitsand werden nach I. I. M. Elbeih und M. A. Abou-Elnaga[1] beide Metalle auf einem geeigneten Papierchromatogramm soweit von den anderen Begleitelementen getrennt, daß sie aus den entsprechenden Zonen herausgelöst und chelatometrisch (Thorium) bzw. photometrisch als Peroxydkomplex (Uran) ermittelt werden können. — *Arbeitsweise.* 10 g Monazitsand (100 mesh) werden mit 25 ml konz. Schwefelsäure unter Rühren bei 200°C bis zur zähflüssigen Konsistenz und Erscheinen einer tiefgrauen Farbe aufgeschlossen (etwa 30 min). Unter Eiskühlung wird in 100 ml Wasser eingerührt, der Rückstand abgesaugt, wie vor mit 10 ml konz. Schwefelsäure extrahiert und anschließend unter Rühren in 50 ml Wasser eingegossen. Nach dem Absaugen werden beide Filtrate vereinigt (Rückstand verwerfen) und mit kleinen Portionen festem Natriumhydroxyd schwach alkalisch gestellt. Die ausgefallenen Hydroxyde werden nach mehrfachem Dekantieren mit dest. Wasser durch einen Glasfiltertiegel abgesaugt, einige Male mit wenig Wasser gewaschen und mit warmer 50%iger Salpetersäure (30 ml, 10 ml und 5 mal je 5 ml) vom Tiegel gelöst. Die abgekühlten, in einen 100 ml-Meßkolben aufgefüllten Filtrate sind fertig zur Papierchromatographie. — *Thoriumbestimmung.* 2 Filtrierpapierbogen vom Format 18 × 52 werden mittels Bleistift in je 6 Streifen eingeteilt (Abb. 1), auf die Startlinie jedes Bogens 4 mal genau 0,01 ml der Auffüllung aufgegeben und mit einem frisch angesetzten Fließmittel, welches aus 100 ml Dioxan, 1 ml konz. Salpetersäure, 1 g Antipyrin und 2,5 ml Wasser besteht, solange absteigend chromatographiert, bis die Lösungsmittelfront etwa 5 cm vom unteren Ende entfernt ist (etwa 10 Std). Man trocknet in einem warmen Luftstrom und schneidet von jedem Bogen die beiden äußeren Streifen (Orientierungschromatogramme in Abb. 1) ab, die mit Kojisäure-Oxinlösung[2] besprüht und bei gleichzeitigem Dämpfen über konz. Ammoniak im UV-Licht betrachtet werden, wobei Thorium als gelbgrüner, schwach fluorescierender Flecken (R_f-Wert 0,78), Uran als schwarzer Flecken mit dem R_f-Wert 0,81 erscheint. Ebenfalls ist es möglich, Thorium und Uran durch Besprühen mit Diphenylcarbazon bzw. Hexacyanoferrat(II)[2] sichtbar zu machen. Die anderen Elemente zeigen kleinere R_f-Werte als 0,41. Nach Kenntnis der Lage von Thorium und Uran werden die entsprechenden, nicht entwickelten Zonen der Proben bzw. Blindwertstreifen ausgeschnitten und in 2 Glasgefäße gegeben. — *Blindwert.* Ein Blindwertflecken wird zerschnitzelt und in einem 100 ml-Erlenmeyerkolben mit 25 ml Wasser, 5 Tr. 0,1 n Salpetersäure sowie 4 ml 0,001 m ÄDTA-Lösung vorsichtig 5 min gekocht. Nach Abkühlen auf Zimmertemperatur gibt man 5 oder 6 m

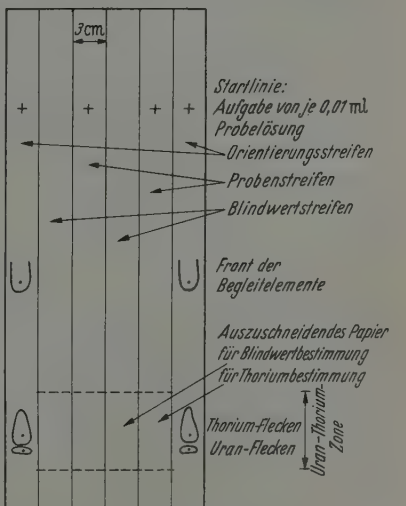


Abb. 1. Papierchromatogramme zur Thoriumbestimmung nach Elbeih u. Abou-Elnaga

0,001 m Wismutnitratlösung und 2—3 Tr. 0,1%ige Brenzcatechinviolettlösung hinzu. Wenn hierbei eine Blaufärbung auftritt, ist die Acidität der Lösung richtig. Wird die Lösung violett, so fügt man vorsichtig verd. Ammoniaklösung bis zum Auftreten einer Blaufärbung zu (p_H-Wert gegen Universalindicatorpapier 2—3) und titriert sehr langsam aus einer Mikrobürette mit 0,001 m ÄDTA-Lösung bis zum Umschlag nach Gelb. Die Differenz zwischen Gesamtverbrauch ÄDTA und Wismutlösung ergibt den Blindwert. Die restlichen 3 Papierflecken werden analog behandelt und der Mittelwert zugrunde gelegt. In gleicher Weise gewinnt man aus den 4 Probenflecken einen Mittelwert, welcher, vermindert um den Blindwert, der Thoriummenge in 0,01 ml der Monazitsandauffüllung äquivalent ist. Die Anwesenheit des Urans stört nicht. — *Uranbestimmung.* 10 Papierbogen (18 × 52) werden in 3 Streifen eingeteilt (Abb. 2) und folgendermaßen behandelt: Man gibt auf das Mittelfeld jedes Streifens 10 mal 0,01 ml, auf die beiden Außenbahnen je 0,01 ml der Auffüllung. Bei 10 weiteren Papierstreifen werden nur die Außenfelder mit 0,01 ml Probelösung besetzt, während die Mittelfelder zur Blindwertbestimmung freibleiben. Man chromatographiert in der zur Thoriumbestimmung beschriebenen Art, ermittelt die Lage der Uran-Thoriumzone durch Entwickeln der Orientierungsstreifen mit Hexacyanoferrat(II) und schneidet die betreffenden Proben- und Blindwertzonen (je 10) aus. Die ausgeschnittenen Papierstreifen werden zickzackförmig gefaltet und die 10 Probenstreifen (die das Uran von insgesamt 1 ml Probelösung enthalten) zusammen in eine geräumige Extraktionshülse gegeben und mit soviel Äthanol, daß die aufrecht stehenden Streifen völlig bedeckt sind, und 2 ml konz. Salpetersäure versetzt. Man läßt mindestens 2 Std, besser über Nacht, auslaugen und extrahiert anschließend 10 Std mit etwa 150 ml Äthanol. In analoger Weise werden die 10 Blindwertstreifen behandelt. Nach beendeter Extraktion dampft man auf 150 ml ein, gibt portionsweise 150 ml 3%ige Natriumcarbonatlösung zu und engt auf etwa 50 ml ein. Blindwert und Proben werden dann gleichzeitig bei Zimmertemperatur mit 2 g Natriumcarbonat und nach dem Lösen mit 10 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung versetzt. Man saugt durch einen Glasfiltertiegel von ausgefallenem Thoriumperoxydhydrat ab, wäscht einige Male mit wenig 10%iger Natriumcarbonatlösung nach, füllt die bei Anwesenheit von Uran gelb gefärbten Filtrate in 100 ml-Meßkolben auf und photometriert sofort bei 400 mμ in 5 cm-Küvetten. — *Zur Aufstellung der Eichkurve* werden in 100 ml-Meßkolben mit Hilfe von Standarduranlösungen 10—400 μg Uran mit 25 ml 10%iger Natriumcarbonatlösung sowie 10 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung versetzt und nach dem Auffüllen bei 400 mμ photometriert. — Je 5 Thorium- und Uranbestimmungen von

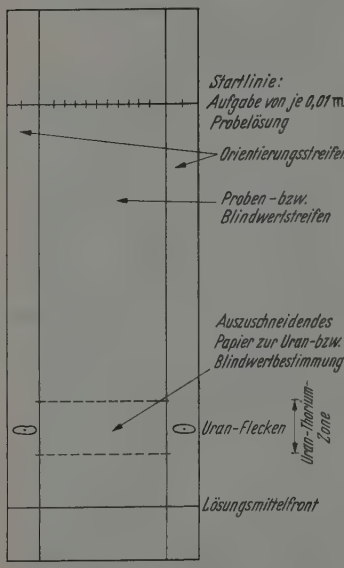


Abb. 2. Zonenchromatogramme zur Uranbestimmung nach ELBEIH u. ABOU-ELNAGA

reinen Lösungen zeigen nach der papierchromatographischen Trennung bei Gehalten von 20—85 μg Th und 76—375 μg U einen mittleren Fehler von 0,6 bzw. 2% (rel.). 5 Analysen eines Monazitsandes ergaben 4,267 $\pm$ 0,002% Th und 0,051 $\pm$ 0,002% U im Vergleich zu 4,260 bzw. 0,050% nach klassischen Methoden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 123—128 (1958). Univ. Kairo (Ägypten). — [2] Elbeih, I. I. M., u. M. A. Abou-Elnaga: Anal. chim. Acta **17**, 397 (1957); vgl. diese Z. **166**, 41 (1959). H. Garschagen

Zur Untersuchung der isotopischen Zusammensetzung des Bleigehaltes von Manganknollen, die auf dem Meeresgrund vorkommen, verwendeten T. J. Chow und Ch. R. McKinney[1] nach vorausgegangener chemischer Abtrennung ein Massenspektrometer mit thermischer Ionenquelle. Zur Ausschaltung von Bleiverseuchung wurde in einem Labor mit gefilterter Luft gearbeitet, die Bechergläser standen zum Eindampfen in Glas- oder Teflon-VA-Stahl-Töpfen mit Deckel, die durch gefilterten Stickstoff durchströmt wurden. Dadurch konnte bei eintägiger Arbeit die Bleiverseuchung aus der Luft auf 0,02—0,03 μg gesenkt werden. — *Arbeitsweise.* Die Manganknollen werden vom anhaftenden Ton und Fremdmaterial befreit, gemahlen und bei 115° C zur Gewichtskonstanz getrocknet. 0,2 g davon werden mit 15 ml konz. Salzsäure und 5 ml Salpetersäure versetzt und erhitzt, bis die Chlorentwicklung aufhört. Nach Abkühlung wird der unlösliche Rückstand abzentrifugiert, die Lösung zur Trockne eingedampft und zur Abscheidung der Kieselsäure bei 125° C geröstet. Man nimmt mit 30 ml 3 n Salzsäure auf, erwärmt, kühlt wieder ab, zentrifugiert und füllt nach Abtrennung der Kieselsäure in einem Meßkolben auf 50 ml auf. Zu 10 ml dieser Lösung gibt man 30 μg Blei-206 als Träger zur Bestimmung der Gesamtbleimenge. Die restlichen 40 ml werden zur Sirupkonsistenz eingedampft, mit 30 ml konz. Salpetersäure versetzt, erhitzt und allmählich mit 1,5 g Kaliumchlorat oxydiert. Die gelben Dämpfe werden durch Kochen ausgetrieben, die Lösung wird abgekühlt und das MnO_2 abzentrifugiert. Die Lösung wird zur Trockne eingedampft und mit 20 ml 6,5 n Salzsäure aufgenommen. Mit 20 ml Äther wird das $FeCl_3$ extrahiert, das verworfen wird. Die wäßrige Phase wird zur Trockne eingedampft und erneut extrahiert, um alles $FeCl_3$ zu entfernen. Die Salzsäure wird abgedampft bis ein feuchter Kuchen entsteht und nach Zusatz von 5 ml 25%iger Ammoniumcitratlösung wird die Lösung in einen 125 ml-Scheidetrichter gefüllt. Der p_H-Wert wird durch Zugabe von Ammoniak auf 9 eingestellt. Dann wird mehrfach mit je 20 ml Dithizonlösung (0,002%ig in Chloroform) extrahiert, bis keine rötliche Färbung mehr erkennbar ist. Der Chloroformextrakt wird mit 10 ml Salpetersäure (1 : 100) geschüttelt, die wäßrige Lösung in einen Scheidetrichter mit 2 ml 1%iger KCN-Lösung versetzt, auf p_H 9 eingestellt und mit 5 ml Chloroform und soviel Dithizonpulver, daß alles Blei komplex gebunden wird, versetzt. 2 min wird geschüttelt, die Chloroformphase in einem Becherglas zur Trockne eingedampft, mit je 1 ml Salpetersäure und Perchlorsäure versetzt und auf 220° C erhitzt. Der Rückstand ist $PbCl_2$. In ein 1 ml-Zentrifugenglas werden 10 mg Ammoniumnitrat in 0,5 ml Wasser gegeben (p_H 3—4). Mit dieser Lösung wäscht man mit Hilfe einer Capillarpipette das Bleichlorid aus dem Becherglas in das Zentrifugenglas. Es wird H_2S eingeleitet, bis Bleisulfid ausfällt, dieses wird abzentrifugiert. Etwa 10 μg PbS und 10 μl der Lösung werden in einer Capillarpipette aufgezogen. Man läßt das Sulfid etwas absitzen und gibt es dann mit etwa 5 μl der Lösung auf den 1,25 cm langen Tantalheizdraht der Ionenquelle. Auf diesem wird durch Heizung mit 1 Amp. das Ammoniumnitrat zum Schmelzen gebracht. Die so präparierte Ionenquelle wird in das Massenspektrometer eingesetzt. Durch langsames Aufheizen bis auf 1,2 Amp. werden 950° C erreicht, wobei Pb-Ionen emittiert werden. Der Ionenstrom von etwa $3 \cdot 10^{2-13}$ Amp. wurde durch Sekundärelektronenvervielfacher

verstärkt und mit einem vibrating-reed-Elektrometer gemessen. Mit einer Ionenquellenbeladung konnten die vier Ionenstrahlen vierzigmal gemessen werden. Der Gedächtniseffekt wurde durch 2stündiges Ausheizen des Tantalfadens mit 5 Amp. fast völlig unterdrückt. Die isotopische Zusammensetzung des Bleis aus den Manganknollen, die auch für das Meerwasser zutreffen dürfte, weicht nicht wesentlich vom normalen Handelsblei ab. Es wurde gefunden: ^{204}Pb 1,35 At-%, ^{206}Pb 25,24 At-%, ^{207}Pb 21,08 At-% und ^{208}Pb 52,32 At-%.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1499—1503 (1958). Inst. Technol., Pasadena, Calif. (USA). J. Rasch

Über die Bestimmung kleiner Uranmengen in Kalisalzen nach dem Fluorescenzverfahren hat A. M. Ušakova[1] Untersuchungen angestellt. Zur Anreicherung des Urans wurden Kalisalze in Mengen von 20 g unter Zusatz von 12 g NH_4Cl und 2—3 ml 5%iger Ammoniumeisenalaunlösung mit CO_2-freiem Ammoniak 3mal gefällt, wobei das Uran mit dem $Fe(OH)_3$ mitfällt; danach wurde der Niederschlag in Salzsäure gelöst und Eisen 3mal mit $(NH_4)_2CO_3$ gefällt, wobei Uran als Carbonatkomplex in Lösung bleibt. Die Filtrate wurden eingedampft, in einigen Tropfen Flußsäure gelöst und mit 200 mg NaFe und 1 ml Wasser eingedampft. 50 mg der erhaltenen, zerriebenen Rückstände wurden in der Mulde eines Pt-Bleches zur klaren Perle geschmolzen, worauf die Fluorescenz im filtrierten UV-Licht der Hg-Quarzlampe beobachtet wurde. Um den Einfluß von Beimengungen festzustellen, wurden weitere Versuche mit reinen Uransalzen als Standards und entsprechenden Zusätzen durchgeführt. — Es ergibt sich, daß Zusätze von Mn, Ca und Mg die Fluorescenz der U-Perle am stärksten abschwächen; Beimengungen von Nb und besonders Ce verursachen eine Eigenfluorescenz, die Uran vortäuschen kann. Die durch Cer bedingte Fluorescenz verschwindet erst bei 0,001% Ce-Zusatz. 0,01% Nb-Zusatz ruft dieselbe Fluorescenzstärke hervor wie 10^{-9} g U. Cer und Niob sind daher bei der U-Bestimmung unerwünscht. Hingegen wird die U-Fluorescenz von erheblichen Mengen (1% und mehr) Th, Nd und Zn nicht merklich beeinflußt. — Man kann 10^{-8} bis 10^{-9}g/g U in K-Salzen nach diesem Verfahren nachweisen.

[1] Ukrain. chim. Ž. **24**, 495—498 (1958) [Ukrainisch]. Ševčenko-Univ., Kiev. A. v. Wilpert

Zur genauen Bestimmung von Uran in Uranhexafluorid, das flüchtige Verunreinigungen wie Fluorwasserstoff und Fluorkohlenwasserstoffe enthält, beschreibt C. A. Kienberger[1] eine Vakuumapparatur (Skizze im Original), die eine einwandfreie Probenahme gestattet. — *Arbeitsweise.* Etwa 7 g im heißen Wasserbad verflüssigte Substanz werden in ein tariertes Röhrchen aus Fluorothen gesaugt, mit flüssigem Stickstoff eingefroren und Helium von 1 Atm. Druck in das System eingeleitet. Das Röhrchen wird verschlossen, 1 Std im Exsiccator getrocknet und gewogen. In einer Platinschale wird die Substanz mit etwa 150 ml eiskaltem Wasser vollständig hydrolysiert, und die Lösung danach unter IR-Strahlern zur Trockne eingedampft. Der Uranylfluoridrückstand wird bei 850°C zu U_3O_8 verglüht und gewogen. Anschließend werden metallische Verunreinigungen im Oxyd spektrographisch bestimmt und die Auswaage wird um diesen Gehalt korrigiert. Für Kontrollanalysen wird ein UF_6 mit weniger als 0,01 Gew.-% HF (bestimmt aus der Gefrierpunktserniedrigung) verwendet. Der Mittelwert aus 12 Uranbestimmungen ist 67,621% (theoretisch 67,620%). Die Genauigkeit einer Einzelanalyse bei 95% Sicherheit beträgt ±0,06%. Ebenso wird die Methode mit einem Gemisch aus UF_6 und C_8F_{16} (Perfluordimethylcyclohexan) überprüft. Die Werte sind ausgezeichnet. Wird Stickstoff oder Luft an Stelle von Helium zum Ausfüllen der Hohlräume im

Proberöhrchen verwendet, fallen die Uranwerte etwas zu niedrig aus. Der Zeitbedarf für eine Analyse beträgt 8 Std.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 338—341 (1958). Gaseous Diffusion Plant Union Carbide Nuclear Co., Oak Ridge, Tenn. (USA). E. BANKMANN

Untersuchung von Bodenauszügen. *Eine flammenphotometrische Calciumbestimmung im salzsauren Bodenauszug* beschreibt G. GETTKANT[1]. Störende Eisen-, Aluminium- und Phosphationen werden mit 10%iger Urotropinlösung unter Zusatz von Eisen(III)-ionen bei p_H 4,1—5,5 aus dem erhitzten salzsauren Bodenauszug gefällt. — *Arbeitsweise.* Man schüttelt 5 g Boden mit 100 ml 2,5%iger Salzsäure 1 Std und filtriert anschließend durch ein hartes Filter. Je nach Calciumgehalt verdünnt man 5—30 ml des Filtrates in einem 100 ml-Meßkolben auf 50 ml, gibt 1 ml 5%ige Eisen(III)-chloridlösung zu, erhitzt bis zum Sieden, versetzt mit 10%iger Urotropinlösung, und zwar mit der gleichen Anzahl von ml, wie eingangs vom salzsauren Filtrat genommen wurden, erreicht somit einen p_H-Wert von 4,9—5,4, kocht 1 min, füllt nach Abkühlung auf 20° C bis 100 ml auf und filtriert anschließend. Das farblose Filtrat versprüht man in einer Flamme aus Acetylen-Luftgemisch und mißt die Calciumemission im Flammenphotometer (Zeiss, Modell III) unter Benutzung des Interferenzfilters Ca 63. Bei höheren Urotropinkonzentrationen als 30 ml einer 10%igen Lösung und einem niedrigeren Gehalt des Bodens an CaO als 0,1% muß man wegen der Störung der Calciumemission von der doppelten Einwaage (10 g Boden) ausgehen. Die Methode erzielt die gleiche Genauigkeit, wie die „Verbandsmethode[2]" und die Methode nach H. KICK[3], ist aber, da man nur $2^1/_2$—3 Std an Zeit benötigt, wesentlich schneller als diese.

[1] Landwirtsch. Forsch. **11**, 93—95 (1958). Inst. landw. Versuchs- und Untersuchungswesen, Leipzig-Möckern. — [2] THUN, R., R. HERRMANN u. E. KNICKMANN: Methodenbuch, Bd. 1, Radebeul u. Berlin, 1955. — [3] Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **60**, 149 (1953). W. GRÜTZ

Eine potentiometrische Redoxtitration von Eisen im salzsauren Bodenauszug beschreibt L. KARBACH[1]. Man reduziert das dreiwertige Eisen im salzsauren Bodenauszug, oxydiert die Eisen(II)-ionen durch Kaliumpermanganat und bestimmt den Beginn und den Endpunkt der Oxydation durch Beobachtung des Potentials einer eintauchenden Platinelektrode gegenüber einer Kalomelelektrode. Aus der benötigten Menge an Kaliumpermanganat berechnet man das in Lösung befindliche Eisen. — *Arbeitsweise.* 1—2 g Boden suspendiert man mit 20—30 ml 1 n Salzsäure (p_H 0,31), läßt unter mehrmaligen Schütteln 25 min stehen, filtriert, mißt in einem aliquoten Teil des Filtrates das Potential, gibt zur Reduktion des Eisen einige Tropfen verdünnter Titan(III)-chloridlösung zu, mißt wiederum das Potential und beginnt die Titration mit 0,05 n bzw. 0,005 n Kaliumpermanganatlösung. Die verbrauchte Menge an Kaliumpermanganat und die entsprechend gemessenen Potentiale ergeben eine Titrationskurve, an derem „Wendepunkt" man die Menge an Kaliumpermanganat ablesen kann, die durch den Überschuß an Titantrichlorid verbraucht wird, sowie den Beginn der Oxydation des Eisens. Die Titration ist beendet, wenn das vorher gemessene Potential der nicht reduzierten Lösung erreicht ist. Aus der für die Eisenoxydation verbrauchten Menge an Kaliumpermanganat errechnet sich der Eisengehalt der Lösung. (1 ml 0,05 n Kaliumpermanganat $\cong$ 0,002792 g Eisen.) Man titriert in einer besonderen Apparatur in Stickstoffatmosphäre. Ein 50 ml-Becherglas enthält die Meßflüssigkeit und wird mit einem mehrmals durchbohrten Gummistopfen luftdicht verschlossen. Durch die Bohrungen ragen Platinelektroden, das Stickstoffeinlaßrohr, eine Glaselektrode (zur p_H-Bestimmung) eine Brücke aus gesättigter Kaliumchloridlösung zur außen liegenden Kalomelelektrode in die

Meßflüssigkeit. In den Luftraum des Becherglases ragen die Bürettenspitze und das Stickstoffauslaßrohr. Das Stickstoffauslaßrohr ist so mit der Bürette verbunden, daß diese, sowie das seitlich angeschlossene Vorratsgefäß für Kaliumpermanganat, und somit das ganze System von Stickstoff durchgespült werden kann. Luft darf während der Titration zum Titrationsgefäß und Titrationsmittel keinen Zutritt bekommen. Da die Titration nur wenige Minuten dauert, kommt die Methode für serienmäßige Bodenuntersuchungen in Frage. Man erfaßt mit ihr noch geringe Mengen an Eisen etwa in der Größenordnung von $0{,}5 \cdot 10^{-5}$ Mol in 10 ml einwandfrei.

[1] Landwirtsch. Forsch. **11**, 96—105 (1958). Fa. Hans Freye K. G., Braunschweig.
W. Grütz

Bestimmung des zwei- und dreiwertigen Titans in Schlacken, die metallisches und zweiwertiges Eisen enthalten. Das von L. I. Veselago[1] entwickelte Analysenverfahren ist eine Erweiterung der bereits früher[2] beschriebenen Methode zur Bestimmung von niederwertigem Titan neben zweiwertigem Eisen. Als Grundlage des Verfahrens dient der Nachweis, daß Ti^{2+} beim Erhitzen in H_3PO_4 in Ti^{3+} übergeht und darin stabil bleibt. — *Zur Bestimmung der Summe* $Ti^{II} + Ti^{III}$ werden 0,2—0,5 g Schlacke mit 25—35 ml Phosphorsäure (D 1,7) im CO_2-Strom 20—30 min erhitzt. Man kühlt ab, setzt 50 ml Schwefelsäure (1:4) hinzu, kühlt wiederum im CO_2-Strom ab, stellt den CO_2-Strom ab, setzt 20 ml 40%ige wäßrige NH_4SCN-Lösung hinzu und titriert mit 0,05 n Fe-Alaunlösung bis zum Übergang Gelb → Orange (Verbrauch V_1 Milliliter Fe-Alaunlösung). Ist noch gleichzeitig *metallisches Fe* in der Schlacke vorhanden, so setzt man zur Schlacke (0,2—0,5 g) zunächst 15 ml 10%ige $CuSO_4$-Lösung hinzu, verdünnt mit Wasser auf 50 ml und siedet 15—20 min, zwecks Auflösung des metallischen Eisens, im CO_2-Strom. Dann filtriert man, wäscht 4—5mal mit heißem Wasser nach, setzt zum Filtrat 20 ml Schwefelsäure (1:3), 15 ml Phosphorsäure (D 1,7) zu und titriert die Lösung (150—200 ml) mit 0,01 n NH_4-Vanadatlösung mit Ba-Diphenylaminsulfonat als Indicator bis zum Übergang Hellblau → Blau. Der Vanadatverbrauch entspricht dem metallischem Eisen. Das Filter mit dem Niederschlag wird mit salzsaurer $FeCl_3$-Lösung 5 min in der Kälte behandelt (Auflösen des metallischen Cu). Dann filtriert man, wäscht mit heißem Wasser und kalter 5%iger Schwefelsäure nach, spült mit heißem Wasserstrahl in eine Pt-Schale, setzt einen Überschuß an Fe-Alaunlösung und 5 ml Schwefelsäure (D 1,84) hinzu, bedeckt mit einer zweiten Pt-Schale und läßt 15 min einen CO_2-Strom hindurchstreichen. Dann werden 10 ml Flußsäure zugegeben (Gesamtvolumen etwa 50 ml); man rührt um, erhitzt 20—30 min bis zur völligen Auflösung der Schlacke, kühlt im SO_2-Strom, setzt 20 ml gesätt. Borsäurelösung zu (Binden der F-Ionen), gießt die Lösung in einen 500 ml-Kolben, der 30—50 ml Wasser und 5 ml Schwefelsäure (D 1.84) enthält, und titriert das Fe^{2+} mit 0,05 n $KMnO_4$-Lösung (die verbrauchten V_2 Milliliter 0,05 n $KMnO_4$-Lösung entsprechen der Summe Ti^{II} + Ti^{III}, vorausgesetzt, daß die Probe frei von Fe^{II} war). — *Enthält die Schlacke dagegen Eisen(II)*, so muß dessen Menge gesondert bestimmt werden. Zu diesem Zweck behandelt man 0,5 g Schlacke wie oben mit $CuSO_4$-Lösung. Die Schlacke wird in einer Pt-Schale mit 10 ml Schwefelsäure (D 1,84) und 10 ml Flußsäure sowie Wasser bis 50 ml zersetzt, dann in den 500 ml-Kolben (mit 20 ml gesätt. Borsäurelösung, 5 ml Schwefelsäure [D 1,84] und 15 ml Phosphorsäure [D 1,7]) übergeführt (Gesamtvolumen 150—200 ml). Man setzt 1 ml 5%ige wäßrige Na-Wolframatlösung hinzu und titriert das restliche, nicht reduzierte Ti (das nicht völlig bei der Zersetzung in HF oxydiert worden war) mit $KMnO_4$-Lösung bis zum Verschwinden der blauen Färbung. Sodann titriert man das Fe^{2+} mit 0,01 n NH_4-Vanadatlösung und Ba-Diphenylsulfonat (Verbrauch V_3 Milliliter Vanadatlösung). Dann entspricht die

Differenz V_2-V_3 (= V_0) der Summe $Ti^{2+} + Ti^{3+}$. Bei Umrechnung auf 1 g Schlacke und 1 n Lösungen der 3 Maßflüssigkeiten (Fe-Alaun, $KMnO_4$, Vanadat) berechnet sich der Gehalt an Prozenten TiO zu $63{,}9\,N\,(V_0-V_1)\cdot 100/1000\,E$; Prozenten $Ti_2O_3 = 143{,}8\,N\,(2V_1-V_0)\,100/2\cdot 1000\,E$ (N = Normalität, E = Einwaage). Bei 10—60% Ti beträgt der relative Fehler 0,5—1,0%, bei 1—5% Ti jedoch 6%. Diese Genauigkeiten sind völlig ausreichend für die Bestimmung der Form, in welcher das Titan in den Schlacken enthalten ist.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 562—566 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Metallurg. Baikov-Inst., Akad. Wiss. UdSSR, Moskau. — [2] Veselago, L. I.: Ž. anal. Chim. **12**, 381 (1957); vgl. diese Z. **161**, 121 (1958). A. v. Wilpert

Die Abtrennung und Bestimmung kleiner Mengen von Calcium und Magnesium aus konz. Lösungen von Natriumchlorid nehmen T. Takagi und H. Imoto[1] mit Hilfe des Ionenaustauschers Amberlite IR-4B vor. 10 g des Harzes, welches vorher mit Monochloressigsäure behandelt worden ist, werden bei p_H 6—12 30 min mit der Probelösung gerührt. Nach der Filtration werden Calcium und Magnesium durch 10 min langes Rühren mit 50 ml 0,5 n Salzsäure aus dem Austauscher eluiert und dann mit 0,01 m ÄDTA-Lösung titriert. — Andere Ionen, die ebenfalls vom Harz aufgenommen werden, können mit Oxin-Chloroform extrahiert werden.

[1] Jap. Analyst **7**, 565—568 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Toyo Soda Mfg. Co., Ltd. (Japan). G. Denk

Die maßanalytische Schnellbestimmung von Natriumnitrat, Natriumnitrit, Chrom und Eisen in geschmolzenen Ätzalkalien als Beizen für Eisen und Stahl hat K. Mukaewaki[1] eingehend studiert. Die Probe wird aus der Badmitte gezogen, mit warmem Wasser behandelt und filtriert. Der Eisenhydroxydniederschlag wird mit HCl gelöst und Eisen nach Reinhardt-Zimmermann bestimmt. Im Filtrat werden Nitrit in schwach schwefelsaurem Medium mit Permanganat — Na_2CrO_4 stört hierbei nicht — direkt und Chrom nach völliger Oxydation durch Perchlorsäure mit $FeSO_4$-$KMnO_4$ bestimmt. Nitrat wird in starker Schwefelsäure und CO_2-Atmosphäre mit $FeSO_4$ reduziert und der Fe^{II}-Überschuß mit $KMnO_4$ zurückgenommen, nachdem zuvor das Chromat mit $FeSO_4$ reduziert und dieser Fe-Überschuß zusammen mit dem Nitrit durch $KMnO_4$ oxydiert worden ist. Der Zeitbedarf für die Analyse beträgt 40—50 min.

[1] Jap. Analyst **7**, 491—496 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nippon Tokushu Steel Tube Co., Ltd. (Japan). E. Bankmann

Für die Betriebskontrolle von Zinkphosphatierungsbädern wird die „Pointage"-Titration verwendet, worunter der Verbrauch an 0,1 n Natronlauge verstanden wird, der zur Neutralisation von 10 ml der Probelösung gegen Phenolphthalein nötig ist. Wie F. J. Armson[1] fand, entsteht dabei das Orthophosphat $Zn_3(PO_4)_2\cdot 4H_2O$. Man kann zunächst gegen Methylorange die freie Phosphorsäure bestimmen und einen anderen Teil gegen Phenolphthalein titrieren. Damit die „Pointage"-Titration den richtigen Gehalt an Orthophosphat liefert, dürfen andere Schwermetallsalze, wie etwa Zinknitrat, nicht anwesend sein. In diesem Falle gibt die Titration ein Maß für alle vorhandenen Bestandteile: freie Phosphorsäure, Zinkdihydrogenphosphat und den Beschleuniger.

[1] Analyst **83**, 374—376 (1958). G. K. N. Group Res. Lab., Lanesfield, Wolverhampton (England). G. Denk

Die radiochemische Bestimmung von Ionium (Thorium-230) in fluorierten uranhaltigen Lösungen, wie sie bei verschiedenen Gasdiffusionsprozessen anfallen, wird von F. L. Moore[1] beschrieben. Die Methode kann in Gegenwart aller anderen

α-Strahler angewandt werden. Die Ausbeute der Abtrennung wird mit 97 ± 3% angegeben. — *Arbeitsweise.* Ein aliquoter Teil der zu analysierenden Lösung wird in einem 5 ml fassenden Zentrifugenröhrchen mit 0,1 ml Lanthan-Trägerlösung (5 mg La/ml) versetzt und umgerührt. Nach Zugabe von 1 ml 19 n Natronlauge läßt man 5 min bei Zimmertemperatur stehen und zentrifugiert 3 min. Die überstehende Lösung wird vorsichtig abgesaugt und der Niederschlag mit 2—3 ml 0,05 n Natronlauge gewaschen. Nach 3minutigem Zentrifugieren wird die überstehende Lösung dekantiert und der Waschvorgang wiederholt. Diese Hydroxydfällung kann jedoch unterbleiben, sofern die Probe kein Al bzw. Cr enthält. — Der Niederschlag wird mit einigen Tropfen konz. Salpetersäure in Lösung gebracht und ein Überschuß von 8—10 Tropfen zugegeben. Die Lösung wird mit 0,3 ml 0,4 m $K_2Cr_2O_7$-Lösung gut vermischt und 10 min in nahezu siedendes Wasser eingetaucht, um etwa anwesendes Uran, Neptunium bzw. Plutonium in den sechswertigen Zustand überzuführen und damit quantitativ als Fluoride in Lösung zu halten. Man fügt 0,3 ml 27 m Flußsäure hinzu, rührt um, läßt 5 min bei Zimmertemperatur stehen und zentrifugiert 3 min. Zur überstehenden Lösung gibt man 0,05 ml La-Trägerlösung, rührt vorsichtig und läßt nochmals 5 min stehen. Nach 3minutigem Zentrifugieren wird die überstehende Lösung entfernt und der Niederschlag mit 0,5 ml einer an HF und HNO_3 1 n Lösung, die einen Tropfen der 0,4 m $K_2Cr_2O_7$-Lösung enthält, gewaschen. Der Waschvorgang wird ohne $K_2Cr_2O_7$-Zusatz wiederholt. Das LaF_3 wird dann in 0,5 ml 2 m $Al(NO_3)_3$-Lösung und einigen Tropfen 1 n Salpetersäure gelöst und nach Überführen in ein 10 ml-Becherglas auf p_H 1,4—1,5 eingestellt. Mit dem $1^1/_2$fachen Volumen einer 0,5 m Lösung von 2-Thenoyltrifluoraceton in Xylol wird nun während 10 min extrahiert. Ein aliquoter Teil der organischen Phase wird in einem Meßschälchen aus Platin oder rostfreiem Stahl bei Rotglut verdampft, so daß ein quasi masseloses Ioniumpräparat hinterbleibt, das mit einem α-Proportionalzähler gemessen werden kann. Sofern die Aktivitätsrate des Ioniums gering ist, der Aktivitätspegel anderer anwesender α-Strahler jedoch hoch, empfiehlt sich die Verwendung eines α-Energie-Diskriminators. Bei Anwesenheit von Ra, Pa, Am und Cm finden sich diese Elemente im Fluoridniederschlag, der mit wenigen Tropfen 1 n Salpetersäure in Lösung gebracht, wie oben in ein Schälchen übergeführt, dort eingedampft und ebenfalls mit einem α-Proportionalzähler gemessen wird. Sofern Proben untersucht werden, die natürliches Thorium enthalten, kann das Ionium neben den anderen Thoriumisotopen durch α-Energiediskriminierung bestimmt werden.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1020—1021 (1958). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA).
H. Reuter

Zur radiochemischen Bestimmung von Neptunium-239 und von Plutonium-239 in Uranylsulfatlösungen und Kühlmantel-Lösungen homogener Reaktoren verwendet F. L. Moore[1] die Mitfällung an Lanthanfluorid[2] mit anschließender Extraktion von Neptunium-239 mit 2-Theonyltrifluoraceton/Xylol-Mischung. Verluste lassen sich vollkommen vermeiden, weil alle Operationen in *einem* Zentrifugenglas ausgeführt werden. Die Methode gestattet 99% von Plutonium-239 und von Neptunium-239 mit einer Genauigkeit von ± 3% zu erfassen. — *Ausführung.* Man gibt in ein 12- oder 15 ml-Zentrifugenglas eine bekannte Menge an Neptunium-239 in 2 m Salpetersäure, versetzt mit einem aliquoten Teil der Probelösung, fügt 0,4 ml konz. Salzsäure, 0,1 ml Zirkonium-Rückhalteträger (holdback carrier) (10 mg Zr/ml) und 0,1 ml Lanthanträger (5 mg La/ml) zu und mischt. Nach dem Zusatz von 0,3 ml 5 m Hydroxylaminhydrochloridlösung und 0,3 ml 27 m Flußsäure rührt man mit einem Platinstab gut um und läßt 5 min lang stehen. Man zentrifugiert 3 min lang, fügt nochmals 0,05 ml Lanthanträger zu und zentrifugiert nach 5 min nochmals 3 min

lang. Die überstehende Flüssigkeit wird vorsichtig abgehebert, die Fällung unter Rühren mit 0,5 ml einer Mischung aus 1 m Salpeter- und 1 m Flußsäure gewaschen, wieder zentrifugiert und die überstehende Waschlösung bis auf einen Tropfen entfernt. Man löst das gefällte Lanthanfluorid in 0,2 ml 2 m Aluminiumnitratlösung und 1 ml 4 m Salzsäure, fügt 0,8 ml 5 m Hydroxylaminhydrochloridlösung und 0,5 ml frisch bereitete 2 m Eisen(II)-chloridlösung in 0,2 m Salzsäure zu, füllt mit Wasser auf 4 ml auf und extrahiert 5 min lang mit 4 ml 0,5 m 2-Theonyltrifluoracetatlösung in Xylol durch starkes Rühren. Den Rührer wäscht man mit wenig Xylol, zentrifugiert 1 min lang und verwirft die wäßrige Phase. Man extrahiert nun das Neptunium-239 durch 2 min langes Schütteln mit dem gleichen Volumen 10 m Salpetersäure, zentrifugiert, verwirft die organische Phase und zählt in einem Scintillationszähler (Bohrlochkristall) einen aliquoten Teil der wäßrigen Phase und bestimmt so die γ-Aktivität von Neptunium-239. Zur Ausbeutebestimmung, die bei anfänglichem Zusatz von Neptunium-239 zur Ausführung nach dem Prinzip der Verdünnungsanalyse nötig ist, dampft man einen aliquoten Teil der wäßrigen Phase auf einem Platin- oder Stahlschälchen ein, glüht und bestimmt die α-Aktivität von Neptunium-237 in einem Proportionalzähler. — Zur *Plutoniumbestimmung* verfährt man wie oben, läßt jedoch den Zirkonium-Rückhalteträger weg und verwendet 1 ml gesätt. Borsäurelösung an Stelle der 2 m Aluminiumnitratlösung. Die Extraktion wird hier mit frischer organischer Phase wiederholt, die organischen Phasen werden verworfen, das Plutonium wie oben an Lanthanfluorid mitgefällt, und nach Lösung des Fluorides wie oben auf einem Platin- oder Stahlschälchen die α-Aktivität im Proportionalzähler festgestellt.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1368—1369 (1958). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). — [2] Koshland, D. E.: U. S. Atom. Energ. Comm. Decl. Rep. CN-2041. — Kraus, K. A., u. J. J. Howland: U. S. Atom. Energ. Comm. Secret Rep. CN-1764.

Klaus Brodersen

Analyse von Borfluorborat-Kupfer-Elektrolyten. Die Elektrolyten enthalten Kupfertetrafluorborat, freie Tetrafluorborsäure und Borsäure. Die Bestimmung der einzelnen Bestandteile erfolgt nach E. N. Lukašova, N. M. Baram und V. G. Kuznecova[1] so, daß Kupfer zuerst elektrolytisch bestimmt wird. In der verbleibenden Lösung wird die Tetrafluorborsäure mit Magnesiumsulfatlösung hydrolysiert und die nach $HBF_4 + 2\,MgSO_4 + 3\,H_2O \rightarrow 2\,MgF_2 + 2\,H_2SO_4 + H_3BO_3$ entstandene Schwefelsäure titriert. Die Borsäure titriert man danach mit Hilfe von Mannit oder Invertzucker. — *Analysengang.* Man verdünnt 2 ml des Elektrolyten mit Wasser auf 100—150 ml, erhitzt auf 60—70° C und scheidet das Kupfer wie üblich elektrolytisch an einer Platinnetzelektrode bei 0,5—1 Amp. ab. Das Platinnetz wird mit Wasser und Alkohol gewaschen, bei 100—150° C getrocknet und gewogen. Die kupferfreie Lösung füllt man im Meßkolben auf 500 ml auf. 50 ml davon versetzt man mit 75 ml gesätt. $MgSO_4$-Lösung und 100 ml Wasser, kocht etwa 1 Std unter Rückfluß und titriert nach dem Abkühlen mit Alkalilösung gegen Methylrot als Indicator. 1 ml 1 n NaOH-Lösung entspricht 0,02195 g HBF_4. Zieht man von der erhaltenen Zahl die dem Kupfer äquivalente Menge der Fluorborsäure ab, so ergibt sich der Gehalt an freier Tetrafluorborsäure. — Zur Borsäurebestimmung gibt man zur gegen Methylrot titrierten Lösung 1 ml Bromthymolblaulösung sowie 1 g Mannit und titriert mit Alkali, bis die blaue Färbung der Lösung einige Minuten bestehen bleibt. 1 ml 1 n NaOH-Lösung entspricht 0,06184 g H_3BO_3. Man erhält so den Gesamtborsäuregehalt. Die freie Borsäure ergibt sich nach Abzug der dem Gesamt-HBF_4 äquivalenten H_3BO_3-Menge (Umrechnungsfaktor = 0,7041).

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1067—1068 (1958) [Russisch]. K. Hertzog

Zur Bestimmung von zweiwertigem neben vierwertigem Zinn in alkalischen Verzinnungsbädern messen K. F. Gudymenko, M. U. Belyj und M. A. Skačko[1] die Intensität der Fluorescenzstrahlung. Die Probe der Badlösung, welche im Liter 10 g freies Alkali, 6,8 g Natriumacetat und 90 g Natriumstannat enthält, wird mit dem 15fachen Volumen konz. Schwefelsäure versetzt. Man bestrahlt diese Lösung mit UV-Licht von dem Wellenbereich 200—250 mμ, das mit Hilfe von Zinkelektroden erzeugt wird. Das Fluorescenzlicht wird auf ein Photoelement gesandt und gemessen. Es werden noch 0,1 g Sn^{2+} im Liter erfaßt, die höchst zulässige Sn^{2+}-Konzentration in Verzinnungsbädern beträgt 2 g/l.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1066—1067 (1958) [Russisch]. Ševčenko-Univ. Kiev.
K. Hertzog

Die papierchromatographische Bestimmung geringer Kupfermengen in landwirtschaftlichen Erzeugnissen beschreibt I. K. Citovič[1]. 1—5 g des zu untersuchenden Materials werden mit 2 n Salzsäure (etwa 1 ml/g) ausgezogen und durch ein Blaubandfilter filtriert. Vom Filtrat werden mit einer Mikropipette 0,05 ml in die Mitte eines Blaubandfilters langsam aufgegeben. Man läßt antrocknen, schneidet dann aus dem Papier einen Docht an (4×40 mm²) und chromatographiert. Als Fließmittel dient ein Gemisch von 90 ml 80%igem Äthanol und 10 ml 5 n Salzsäure. Man beläßt die Streifen 4 Std im Chromatographiergefäß, läßt dann das Lösungsmittel verdunsten und entwickelt durch Besprühen mit 10%iger Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung (keine Metallflasche verwenden!). Man läßt wieder antrocknen und mißt die Breite der Kupferzone. Die Auswertung erfolgt an Hand von Eichkurven, die man mit Testlösungen unter den genau gleichen Bedingungen aufgenommen hat. R_f-Wert = 0,29. Die Eichkurve zeigt im Bereich von 5—50 μg eine lineare Abhängigkeit der Zonenbreite vom Kupfergehalt. Die Testlösungen werden durch Auflösen einer entsprechenden Menge des betreffenden *kupferhaltigen Schädlingsbekämpfungsmittels* in 2 n Salzsäure hergestellt.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 469—472 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Landw. Inst. des Kuban, Krasnodar (UdSSR). H. Wunderlich

Eine kondensierte Gleichstrombogenentladung für die spektrochemische Analyse von pflanzlichen Materialien beschreibt H. E. Braun[1]. Das pflanzliche Material wird an der Luft getrocknet, fein pulverisiert und bei 450° C verascht. 0,2 g der Asche werden in 5 ml innerer Standardlösung (entsprechend 2 mg Kobalt [als Bezugselement] und 4 ml 6 n Salzsäure) gelöst. Die Analysenlösung wird auf ausgebohrte Graphitelektroden gebracht, deren Bohrung mit reinem Graphitpulver gefüllt wurde. Zur Anregung dient eine Entladung, die im wesentlichen aus einem nicht geglätteten Lichtbogen von gleichgerichtetem Wechselstrom besteht, dem Kapazitäten von 7,5, 15 oder 30 μF parallel geschaltet werden können. Den zu den Elektroden führenden Ausgangsklemmen sind allerdings noch Selbstinduktionen und Kapazitäten parallel geschaltet, so daß die Bezeichnung „kondensierter Gleichstrombogen" nicht genau stimmen dürfte. Die Entladung muß durch einen besonders eingekoppelten Zündimpuls, der augenscheinlich in jeder Halbwelle des primären Wechselstroms erfolgt, gezündet werden. Zur Aufnahme dient ein ARL 1,5 m-Gitterspektrograph. Die Auswertung erfolgt in der üblichen Weise anhand von Eichkurven. Bezugslinie ist Co 3044 Å mit folgenden Analysenlinien: Cu 3274 Å, Mn 2576 Å, Fe 3020 Å, B 2498 Å, Mg 2781 Å, P 2535 Å und Ca 2997 Å. In einer tabellarischen Übersicht werden die chemisch und die spektralanalytisch gewonnenen Analysenwerte nebeneinander gestellt, die Standardabweichung zwischen beiden Methoden liegt zwischen 1,35 und 0,0031%.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1076—1079 (1958). Agric. Coll., Guelph. Ont. (Canada).
J. van Calker

Namen- und Sachverzeichnis des 168. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Aarna, A. Ja., und Ch. A. Silland, Bestimmung organischer Sulfide 218

Abd El Raheem, A. A., und A. M. Amin, Verwendung von Eriochromschwarz A als Indicator in der Chelatometrie 128

Abd El Raheem, A. A., und M. M. Dokhana, The Use of Metomega Chrome Blue BBL as a Metal Indicator and its Application for the Determination of Calcium and Magnesium in Serum 165 [Or]

Abdusaljamov, N., siehe Maksimyčeva, Z. T.

Abou-Elnaga, M. A., siehe Elbeih, I. I. M.

Abramov, M. K., siehe Teodorovič, I. L.

Adams, N. G., siehe Boggus, J. D.

Adams, R. N., siehe Voorhies, J. D.

Agazzi, E. J., E. M. Fredericks und F. R. Brooks, Bestimmung von Schwefel und Halogenen in Schädlingsbekämpfungsmitteln 383

Agrinier, H., Nachweis und halbquantitative Bestimmung von Vanadium in Böden 158

Ahmed, M. N., und G. J. Lawson, Bestimmung von Schwefel in Kohlen und Humussäuren 235

Ahrens, E. H., siehe Craig, L. C.

Alekseev, N. F., Polarographische Bestimmung von primären Aminen neben sekundären und tertiären Aminen 219

Alekseeva, A. V., siehe Goldbert, K. A.

Alenčikova, I. F., siehe Nikolaev, N. S.

Alexander, N. M., Bestimmung von Sulfhydrylgruppen mit N-Äthylmaleinimid 218

Alfonsi, B., Bestimmung von Cu, Pb, Sn und Sb in derselben Lösung 55

Alikberov, S. S., siehe Alimarin, I. P.

Alimarin, I. P., und S. S. Alikberov, Bestimmung von Thorium durch Fällung mit Natriumbenzolsulfinat 60

Alimarin, I. P., E. P. Nikolaeva und G. I. Malofeeva, Fällung von Uran(IV) mit Natriumhexametaphosphat 62

Alimarin, I. P., und E. I. Stepanjuk, Trennung von Niob und Zirkonium mit seleniger Säure 368

Allen, E., siehe Seaman, W.

Alliot, R., Bestimmung des Eigehaltes in Teigwaren 79

Alving, R. E., siehe Tourtellotte, W. W.

Aly, F. W., und K. H. Niederhellmann, Nachweis und Veränderungen von Präalbumin 391

Ambrose, D., A. I. M. Keulemans und J. H. Purnell, Einheitliche Darstellung der Gasverteilungschromatographie 354

Amin, A. M., siehe Abd El Raheem, A. A.

Andersen, B., siehe Foss, O. P.

Anderson, C. J., und R. A. Keeler, Bestimmung von Phosphorverbindungen 220

Anderson, D. M. W., Ausschaltung von Fehlern bei der Bestimmung von Uronsäuren 232

Anker, L., siehe Vuilleumier, M.

Antikainen, P. J., Bestimmung von Mikrogrammengen von Uran 63

Arcand, G. M., Coulometrische Bestimmung von Bromat 72

Armand, M., und J. Berthoux, Bestimmung von Kieselsäure 454

Armbruster, O., siehe Beiss, U.

Armson, F. J., Betriebskontrolle von Zinkphosphatierungsbädern 461

Asensi-Mora, G., Anwendungsmöglichkeiten der Glaselektrode 207

Auger, L., und G. Boussier, Papierelektrophoretische Anordnung 358

Aunický, Z., siehe Neumann, J.

Babaeva, A. V., siehe Borovik, S. A.

Babenko, A. S., Reaktion zwischen Magnesiumhydroxyd und Jod nach dem phototurbidimetrischen Titrationsverfahren 361. — Nachweis des Magnesiumions mit N-Arylchinocyanin-Farbstoffen 199

Babkin, G. N., Trennung von Kobalt und Zink nach der Amalgammethode 209
Babko, A. K., und M. I. Štokalo, Fällung von Zirkoniumphosphat und Trennung Zirkonium-Titan 67
v. Baeckmann, A., siehe Ziegler, M.
Ballczo, H., und M. Hodos. Bemerkungen zur Analytik des Calciumfluorids 161 [Or]
Banerjea, D., siehe Tripathi, K. K.
Banick jr., W. M., und G. F. Smith, Spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen mit 2,2'-Dipyridyl und dessen 4,4'-disubstituierten Derivaten 73
Banks, Ch. V., K. E. Burke und J. W. O'Laughlin, Fluorbestimmung in Fluoriden der Seltenen Erden 60
Banks, J. E., Mikrogravimetrische Bestimmung von Eisen mit Benzolphosphinigsäure 371
Baram, N. M., siehe Lukašova, E. N.
Barker, S. A., A. B. Foster, I. R. Siddiqui und M. Stacey, Bestimmung von Uronsäuren 438
Barnett, R. J., und A. M. Seligmann, Pinselmethode zur Bestimmung von Enzymen 399
Barrollier, J., und J. Heilmann, Papierchromatographische 17-Ketosteroidbestimmung in Harn 317
Bass, E. A., siehe Steyermark, A.
Bastian, R., R. Weberling und F. Pallila, Bestimmung von Insulin 320
Bastick, M., und H. Guérin, Bestimmung von Gasen in natürlichen Wässern, wie Flußwasser und Mineralwasser 442
Bauer, H. H., und Ph. J. Elving, Untersuchungen über die Wechselstrompolarographie 46. — Wechselstrompolarographische Apparatur 46
Baumann, F., siehe Spencer, Ch. F.
Bazant, V., siehe Komers, R.
Beamish, F. E., Gravimetrische Bestimmung der Platinmetalle 76. — Siehe auch Marks, A. G.
Becker, W. W., siehe Kouba, D. J.
Bedi, R. D., siehe Merritt jr., L. L.
Beiss, U., und O. Armbruster, Bestimmung von Phosphatiden durch Papierchromatographie 315
Bejzerov, E. M., siehe Chrizman, I. A.
Belcher, R., R. L. Bhasin, R. A. Shah und T. S. West, Submikromethode zur Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 214
Belcher, R., und A. M. G. Macdonald, Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 213
Belcher, R., J. H. Thompson und T. S. West, Wasserbestimmung durch Hydrolyse von Succinylchlorid 126. — Bestimmung von Kohlenstoff in organischen Substanzen 211
Beljaev, M. Ja., Bestimmung von Brenztraubensäure 231
Beljaeva, Je. L., und V. A. Gavrilova, Bestimmung des Prothrombins in Blut 393
Belyj, M. U., siehe Gudymenko, K. F.
Beneš, J., Colorimetrische Bestimmung von Eisen in Gelatine 382
Bentley, H. R., und J. G. Burgan, Bestimmung von 3,4-Benzpyren in Tabak und Tabakrauch 385
Beran, P., siehe Doležal, J.
Berbalk, H., Gerät zur Bestimmung des R_f-Wertes auf Papierchromatogrammen und Elektropherogrammen 357
Berezin, I. V., und G. B. Meluzova, Bestimmung von Ketonen, Estern und Säuren, die bei der Oxydation von Paraffinen auftreten 236
Bergstresser, K. S., Bestimmung von Lanthan in Plutonium 299
Berlingozzi, S., G. Rapi und A. Mazza, Radialverfahren bei elektrophoretischen und elektrorheophoretischen Analysen 42
Berman, S. S., und R. Ironside, Spektralphotometrische Bestimmung von Rhodium 76
Berman, S. S., und W. A. E. McBryde, Trennung der Platinmetalle durch Ionenaustausch 77
Bermes jr., E. W., siehe McDonald, H. J.
Berthoux, J., siehe Armand, M.
Bertram, F. W., O. T. Carlisle, J. E. Murray, G. W. Warren und C. H. Connell, Bestimmung des Sauerstoffverbrauches in petrochemischen Abwässern 134
Bertram, H. W., M. W. Lerner, G. J. Petretic, E. S. Roszkowski und C. J. Rodden, Gerät zur Bestimmung von Urangehalten zwischen 100 und 200 g/l 62
Besch, P. K., siehe Goldzieher, J. W.
Bezinger, N. N., siehe Galpern, G. D.
Bezuglyj, V. D., siehe Dmitrieva, V. N.
Bhasin, R. L., siehe Belcher, R.

Bianchini, P., Zweidimensionale Auftrennung von Substanzgemischen durch Papierchromatographie und Elektrophorese 122
Bidmead, D. S., und F. J. Ley, Analyse von Aminosäuregemischen aus Nahrungsmittelproteinen 294
Bien, G. S., Einfluß von Fremdsalzen auf die colorimetrische Bestimmung der löslichen Kieselsäure in Meerwasser 443
Birjuk, Je. A., siehe Nazarenko, V. A.
Birjukova-Gajlis, E. Ja., siehe Gorjušina, V. G.
Bishop, E., und V. J. Jennings, Eignung von Chloramin T als titrimetrisches Standardreagens 129
Blabolil, K., siehe Körbl, J.
Blackburn, D. W., siehe Pernarowski, M.
Blasius, E., und W. Burmeister, Untersuchung der Wackenroderschen Reaktion mit Hilfe der radiopapierchromatographischen Methode 1 [Or]
Bloch, I. M., siehe Poljakov, P. M.
Blume, R. C., siehe Proffit, J. R.
Blundy, P. D., Colorimetrische Bestimmung von Chrom 368
Blundy, P. D., und M. P. Simpson, Bestimmungsmöglichkeiten für Nikkel 373
Boer, P., siehe Clark, D. A.
Boggus, J. D., und N. G. Adams, Gaschromatographische Spurenanalyse 120
Bohnes, H., siehe Eberius, E.
Boltz, D. F., siehe Telep, G.
Bomberger, D. R., Gravimetrische Bestimmung von Wismut 69
Bongiovanni, A. M., und W. R. Eberlein, Methoden zur Bestimmung von Pregnan-3α,17α,20α-triol im menschlichen Harn 318
Bonveč, V. E., siehe Chrizman, I. A.
Booman, G. L., siehe Puphal, K. W.
Borisova, L. V., siehe Rjabčikov, D. I.
Boriss, P., siehe Weiner, R.
Bork, V. A., siehe Krešков, A. P.
Borovik, S. A., A. V. Babaeva, N. I. Ušakova und R. I. Rudij, Bestimmung von Calcium, Magnesium, Aluminium, Silicium und Zinn im affinierten Platin und Palladium 452
Bose, A. K., siehe Suryanarayana, S. V.
Bose, S., Bestimmung von Formiat in Gegenwart von Salzen anderer organischer Säuren 228. — Bestimmung kleiner Mengen Acetaldehyd 223
Bouman, J., und J. D. H. Homan, Bestimmung der Wirksamkeit von Insulin 320
Bourrillon, R., Absorptionsspektren von ikterischen Seren und künstlichen Bilirubin-Eiweißgemischen 320
Boussier, G., siehe Auger, L.
Bovalini, E., und M. Piazzi, Bestimmung von Bor 362
Bowersox, D. F., und E. H. Swift, Fällung von Cadmiumsulfid mit Thioacetamid 58
Bowman, R. L., siehe Cotlove, E.
Brabson, J. A., H. C. Mattraw, G. E. Maxwell, A. Darrow und M. F. Needham, Bestimmung von Kieselsäure 454
Brattsten, I., und A. Nilsson, Elektrophoretische Technik 42
Braun, H. E., Kondensierte Gleichstrombogenentladung für die spektrochemische Analyse von pflanzlichem Material 464
Bray, R. H., siehe Dickmann, S. R.
Brenan, R. A., Elektrophorese auf horizontal liegendem Papierstreifen 122
Breyhan, Th., F. Fischnich und F. Heilinger, Papierchromatographischer Nachweis von Inhaltsstoffen der Kartoffelknolle 237
Briggs, R., G. V. Dyke und G. Knowles, Polarographische Registrierung des Sauerstoffgehaltes in Wässern 134
Brooks, F. R., siehe Agazzi, E. J.
Buchanan jr., E. B., siehe Diehl, H.
Buchar, V. M., Mehrteilige Glasapparatur zur Erleichterung von Tüpfeltesten 53
Buchman, S. P., M. V. Nosek und M. T. Kozlovskij, Polarographische Schnellbestimmung von Indium 65
Budanova, L. M., siehe Kuznecov, V. I.
Budrina, O. V., siehe Podbel'skij, G. N.
Büchi, J., und R. Gräub, Untersuchung von Zucker in Malzextrakt 78
Buell, B. E., Indirekte flammenphotometrische Bestimmung von Bor in Schmierölen 378
Bürgin, A., siehe Frauch, P.
Bullock, J. S., siehe Maier, R. H.
Bunting, W. E., Bestimmung von Kieselsäure 454
Burgan, J. G., siehe Bentley, H. R.
Burglen, L., siehe Longuet, P.
Burke, K. E., siehe Banks, Ch. V.
Burke, T. E., und H. K. Southern, Bestimmung geringer Mengen Tetra-

chlorkohlenstoff in der Luft mit Hilfe der Alkali-Pyridinreaktion 131
Burmeister, W., siehe Blasius, E.
Burton, R. B., siehe Zaffaroni, A.
Busev, A. I., und Li Gyn, Bestimmung des sechswertigen Molybdäns mit Wolfram und anderen Elektroden 369
Bush, I. R., Papierchromatographische Technik 316
Buzlanova, M. M., siehe Terentev, A. P.
Bylinkina, A. A., Bestimmung der künstlichen Radioaktivität von Gewässern 135

Cakenberghe, J. van, Polarographische Analyse 46
Calvo, J. M., und A. S. Ruiz, Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 310
Carlisle, O. T., siehe Bertram, F. W.
Carlton, J., siehe O'Neal, F. B.
Carpov, A., siehe Fişel, S., sowie Modreanu, F.
Cartoni, G. P., siehe Liberti, A.
Carubelli, R., W. O. Smith und J. F. Hammarsten, Bestimmung von Magnesium in roten Blutkörperchen 307
Castiglioni, A., Papierchromatographische Analyse von Oxin-Vioform-Mischungen 33 [Or]. — Papierchromatographische Trennung von 1- und 2-Amionanthrachinon 35 [Or]
Center, E. J., siehe Huber jr., F. E.
Čerkašina, T. V., siehe Černichov, Ju. A.
Černá, V. M., siehe Štěpánek, J. M.
Černichov, Ju. A. und T. V. Čerkašina, Analyse der Arsenide von Indium oder Gallium der Antimonide von Indium, Rhenium oder ähnlicher Metalle 445
Černichov, Ju. A., Š. G. Melamed und B. M. Dobkina, Bestimmung von Mikromengen Titan in Niob 143
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.
Chapman, D., und J. F. Nacey, Bestimmung von Wasser in Glycerin 382
Chargaff, E., C. Levine und C. Green, Fällung von Phosphatiden 315
Chase, D. L., siehe Huber jr., F. E.
Chatten, L. G., siehe Yokoyama, F.
Chaturvedi, R. K., siehe Ramaiah Vishnu, N. A.
Chavanne, P., und C. Geronimi, Mikrobestimmung von Cadmium 200
Cheng, K. L., siehe Lott, P. F.
Chiamori, N., siehe Henry, R. J.
Childs, R. F., und L. M. Parks, Bestimmung von Hexachlorophen und Bithionol 383
Chow, T. J., und Ch. R. McKinney, Untersuchung der isotopischen Zusammensetzung des Bleigehaltes von Manganknollen 457
Chrizman, I. A., V. E. Bonveč und E. M. Bejzerov, Bestimmung der Säure-, Ester- und Jodzahl in Braunkohlenbitumenstoffen 235
Chudjakova, N. N., siehe Golovaty, R. N.
Chung, Y.-H., siehe Sandler, S.
Citovič, I. K., Bestimmung geringer Kupfermengen in landwirtschaftlichen Erzeugnissen 464
Claeys, A., Gravimetrische Bestimmung von Wolfram neben Molybdän 71
Clark, D. A., und P. Boer, Einbringung kleinster Probemengen in den Strahlengang von Infrarot-Spektralphotometern 353
Clark, R. T., siehe Wood, D. F.
Cline, W. D., siehe Warf, J. C.
Cocci, D., Bestimmung von Antimon 367
Codell, M., und G. Norwitz, Bestimmung kleiner Mengen Sauerstoff in Titan 139
Cohn, C. F., und W. Q. Wolfson, Papierelektrophoretische Analyse von Serum 312
Coleman, H. J., C. J. Thompson, C. C. Ward und H. T. Rall, Gaschromatographische Trennung und massenspektrometrische Untersuchung von verschiedenen Ölen 377
Connell, C. H., siehe Bertram, F. W.
Cormier, M., und P. Jouan, Papierchromatographische Trennung der Gesamtlipoide des Blutserums 315
Cotlove, E., H. V. Trantham und R. L. Bowman, Schnelle automatische genaue Bestimmung von Chlorid in biologischem Material 308
Coulson, R. E., Anfänge der anorganischen Analyse 125
Coult, D. B., Bestimmung von Aminosäuren mit Thiol- und Disulfidgruppen in denaturiertem und proteinfreiem Serum oder in Serumhydrolysaten 312
Cox, R. I., Trennung von Formaldehyd und Acetaldehyd 223
Craig, L. C., W. Hausmann, E. H. Ahrens und E. J. Harfenist, Bestimmung von Digitalisglykosiden 160

Crawford, T. B. B., und W. Law, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin in Ratten- und Menschenurin 314
Crawley, R. H. A., siehe Kirby, K. W.
Croon, H., siehe Croon, W.
Croon, W., und H. Croon, Physikalisch-chemische Meßmethoden zur Ermittlung optimaler Bedingungen in der Papierelektrophorese 115 [Or]
Crouthamel, C. E., und C. Gatrousis, Trennung von Polonium-210, Wismut-210, Tellur-127, -129 und Selen-75 70
Cundiff, R. H., und P. C. Markunas, Titration von Säuren in nichtwäßriger Lösung 123, 124
Čupr, V., und J. B. Pelikán, Messung ohne Eichkurven 321 (Or)
Čůta, F., und V. Klozar, Coulometrische Bestimmung von Styrol und Methyloleat nebeneinander 286
Cyb, P. P., Trennung von Kobalt und Zink nach der Amalgammethode 209
Cyprès, R., und R. Wollast, Bestimmung von Lithium in Mineralien 148
Czerepko, K., und H. Sikorska-Tomicka, Nachweis von Caprolactam 284

Damaschke, K., Vitamin C-Bestimmung in Fruchtsäften 80
Daniëls, A., siehe Jonckers, M. D. E.
Danzuka, T., und K. Ueno, Bestimmung von Selenspuren in Schwefelsäure 157
Darrow, A., siehe Brabson, J. A.
Das Gupta, H. N., siehe unter „G"
Datta, S. K., Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part IX. Analytical Reactions of Maleanilic Acids 418 [Or]. — Analytical Aspects of some Azo Dyes from Chromotropic Acid. Part VII. Spectrophotometric Determination of Thorium with Nitroso-Snadns 347 [Or]
Davídek, J., und O. Manoušek, Bestimmung kleiner Resorcinmengen 232
Delahay, P., siehe Mamantov, G.
Deshmukh, G. S., und S. V. Tatwawadi, A New Method for the Standardisation of Hypobromite 411 [Or]
Deshpande, M. M., siehe Kaufmann, H. P.
Deys, H. P., und J. A. C. van Pinxteren, Bestimmung von Prednison in Tabletten 304
Diamond, R., Röntgenographische Untersuchung der Aromatengrößenverteilung in Extrakten von Kohlen und Koks 375
Dickmann, S. R., und R. H. Bray, Bestimmung von Tetramethylphosphoniumchlorid 220
Diehl, H., und E. B. Buchanan jr., Bestimmung von Eisen in metallischen Kupfer 135
Diehl, H., und J. L. Ellingboe, Calcein als Indicator bei komplexometrischen Titrationen 51
Dixon, J. P., Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 213
Dmitriev, V. E., siehe Onosova, S. P.
Dmitrieva, V. N., und V. D. Bezuglyj, Polarographische Untersuchung an N-Nitrosodimethylanilin 286
Dobkina, B. M., und T. M. Maljutina, Bestimmung von Cer in Präparaten von Lanthan, Neodym und Praseodym 155. — Siehe auch Černichov, Ju. A.
Dokhana, M. M., siehe Abd Al Raheem, A. A.
Dole, V. P., und N. A. Thorn, Antimon-Mikroelektrode 50
Doležal, J., und P. Beran, Bestimmung von Antimon 367
Doležal, J., und J. Novák, Bestimmung von Kupfer und Eisen nebeneinander in Nickel, Aluminium und ihren Salzen 451
Dōno, T., K. Morinaga, T. Nomura und G. Nakagawa, Bestimmung von Mangan in Ferromangan und Manganschlacke 152
Doskočilová, D., Polarographisches Verhalten der Tetracyclin-Antibiotica und ihrer Abbauprodukte 306
Downs, J. J., E. Geller, K. D. Lunan und L. T. Mann jr., Puffer für die elektrophoretische Analyse von Blutserum 312
Drushel, H. V., und J. F. Miller, Bestimmung von Thiophen und von aromatischen Sulfiden in Petroleumölen 236
Druyan, R., Th. G. Mitchell und E. R. King, Bestimmung von Natrium im Knochen durch Neutronen-Aktivierungsanalyse 307
Dumain, J., siehe Rouquette, A.
Dunér, H., und B. Pernow, Bestimmung von Histamin in Blut und Harn 395
Dunham, R., siehe Wendlandt, W. W.

Durso, D. F., und J. C. Paulson, Bestimmung der monomeren Zucker in Hydrolysaten von gebleichter und ungebleichter Holzcellulose 379
Dušek, K., Bestimmung von Formaldehyd in Thioharnstoff-Formaldehydkondensationsprodukten 380
Dušinský, G., Bestimmung von Phenothiazinverbindungen 158
Dwyer, F. P., Mikrobestimmung von Cadmium 200

Eberius, E., und H. Bohnes, Verbesserte Herstellung und Haltbarkeit der Karl-Fischer-Lösung 330 [Or]
Eberlein, W. R., siehe Bongiovanni, A. M.
Eckhard, S., siehe Fehér, F.
Edmondson, P. R., siehe Holman, R. T.
Eger, Ch., siehe Yarden, A.
Eggels, P. J. H., siehe Nijland, M. M.
Ehrenfeld, R., Bestimmung von Wismut 205
Ehrlich-Rogozinsky, S., siehe Kirsten, W.
Elbeih, I. I. M., und M. A. Abou-Elnaga, Bestimmung von Barium und Uran 57. — Bestimmung von Blei und Wismut von Eisen und Mangan und von Magnesium und Beryllium 66. — Bestimmung von Thorium und Uran in Monazitsand 455
El Hadidy, A., siehe Issa, I. M.
Ellingboe, J. L., siehe Diehl, H.
Ellman, G. L., Bestimmung von Adrenalin und verwandten Verbindungen 313
Elving, Ph. J., siehe Bauer, H. H.
Emanuel, C. F., und I. L. Chaikoff, Bestimmung der Purine und Pyrimidine von Nucleinsäuren 396
Endo, S., siehe Hamaguchi, H.
Epik, P. A., und A. I. Oročko, Bestimmung von Chlorit und Hypochlorit nebeneinander 206
Eppstein, J., siehe Kolmerten, J.
Erbring, H., P. Patt und N. Frey, Quantitative Auswertung von Rundfilterchromatogrammen 121
Erdey, L., L. Mázor und M. Pápay, Mikrobestimmung von Fluorid 71
Erdey, L., und G. Rády, Potentiometrische Titration von Gold mit Ascorbinsäure 55
Eriksen, L., Unterscheidung der verschiedenen biologischen normalen und pathologischen Porphyrine 394
Erykalov, N. A., Bestimmung des Blut-Prothrombins 393
Esser, K., siehe Terres, E.
Estevan, J., und J. Serra, Mikrobestimmung von Chlor in perchlorierten Verbindungen 435

Fabbri, G., Quantitative Infrarotspektroskopische Mikrountersuchung von Substanzproben von etwa 10 μg 353
Farag, A., siehe Korkisch, J.
Fateeva, G. Ja., Bestimmung von Kobalt in Nickelverbindungen und von Nickel in Kobaltverbindungen 158
Fehér, F., S. Eckhard und K. H. Sauer, Die analytische Charakteristik des käuflichen und des gereinigten Schwefels. Beiträge zur Chemie des Schwefels, 54. Mitt. 88 [Or]
Feigl, F., Bestimmung von Nickel 241. — Pyrohydrolytische Spaltungen von organischen Verbindungen 215
Feigl, F., D. Hagenauer-Castro und E. Jungreis, Anwendung der Pyrohydrolyse in der Tüpfelanalyse 125
Feigl, F., und C. Stark-Mayer, Differenzierung organischer Säuren 226
Fekete, L., siehe Upor, E.
Ferguson, M. B., siehe Katz, M.
Ferguson, W. S., siehe Laitinen, H. A.
Fett, E. R., und G. Matsuyama, Bestimmung von Phosphor in Gasolin 377
Fiori, A., und M. Marigo, Identifizierung von Meprobamat durch Chromatographie 397
Fischer, W. R., siehe Jordan, K.
Fischnich, F., siehe Breyhan, Th.
Fişel, S., F. Modreanu und A. Carpov, Identifizierung einiger Isothiocyanate 230. — Siehe auch Modreanu, F.
Fisher, M., siehe Zak, B.
Fiskell, J. G. A., siehe Yuan, T. L.
Fitterer, G. R., siehe Herty, C. H.
Flaschen, S. S., siehe Luke, C. L.
Fljantikova, G. V., siehe Nazarenko, V. A.
Fogg, D. N., und N. T. Wilkinson, Colorimetrische Bestimmung von Phosphor 297
Folch, J., M. Lees und G. H. Sloane Stanley, Isolierung und Reinigung der Gesamtlipoide in tierischem Gewebe 315
Foss, O. P., und B. Andersen, Apparatur zum automatischen Färben und Entfärben von Pherogrammen 123
Foster, A. B., siehe Barker, S. A.

Franc, J., Chromatographische Trennung einiger aromatischer Mono- und Dicarbonsäuren 287
Fraser, J. R., und D. C. Holmes, Polarimetrische Stärkebestimmung in Wurstwaren 293
Frauch, P. ,und A. Bürgin, Bestimmungsmöglichkeiten für therapeutisch verwendeten Salpetersäureester 303
Fredericks, E. M., siehe Agazzi, E. J.
Freegarde, M., Bestimmung von Zink in Aluminium- und Kupferlegierungen 299
Frey, N., siehe Erbring, H.
de la Fuente, G., Gewinnung von Enzymen und ihre analytische Verwendung 399
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fukushima, S., K. Yukawa, M. Shigemoto und K. Otozai, Zugabe von Standardsubstanzen bei flammenphotometrischen Analysen 39
Funasaka, W., siehe Ishibashi, M.

Gäumann, T., siehe Hoigné, J.
Gaitonde, M. K., und M. W. Gordon, Bestimmung von Shikimisäure 291
Galloway, N. McN., Bestimmung von Silber in Kupfer 298
Galpern, D. G., und N. N. Bezinger, Bestimmung der primären, sekundären und tertiären Aminogruppen nebeneinander 437
Gapon, T. B., siehe Gurvič, A. M.
Garcia, L. M., W. C. Purdy und J. T. Stock, Verhalten der Antimon-Mikroelektrode 49. — Siehe auch Stock, J. T.
Garven, F. C., siehe Zaugg, H. E.
Gasparič, J., M. Večeřa und M. Jurečček, Identifizierung von Alkylarylsulfiden 439
Gatrousis, C., siehe Crouthamel, C. E.
Gaur, H. C., siehe Laitinen, H. A.
Gautier, J. A., und P. Pignard, Bestimmung von Bor 362
Gavrilova, V. A., siehe Beljaeva, Je. L.
Gaynor, J., und S. M. Skinner, Konzentration hochpolymerer Verbindungen in stark verdünnter Lösung 380
Gefter, E. L., Analyse einiger Säurechloride des Phosphors 230
Geller, D. S., und Ju. K. Smirnov, Bestimmung der Proteinfraktion in der Rückenmarksflüssigkeit durch Papierelektrophorese 391
Geller, E., siehe Downs, J. J.
Genšaft, S. A., siehe Ionova, K. I.
Genserovskaja, Z. I., siehe Oreško, V. F.
Gerchardt, L. I., siehe Zaikovskij, F. V.
Geronimi, C., siehe Chavanne, P.
Gettkand, G., Calciumbestimmung in Bodenauszügen 459
Gilbert, jr., P. T., Flammenphotometrische Bestimmung von Indium 203
Gingold, K., und E. G. Rochow, Bestimmung organischer Chlorsilane mit Ammoniumthiocyanat 221
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Gnezdov, V. I., siehe Koršunov, I. A.
Goldbert, K. A., und A. V. Alekseeva, Bestimmung von Propylen in den Äthylen- und Äthan-Äthylenfraktionen 234
Goldzieher, J. W., und P. K. Besch, Absorptions- und Fluorescenzspektren von Corticosteron, Hydrocortison, Cortison, Tetrahydrocortison und Tetrahydrohydrocortison 317
Golovaty, R. N., V. V. Oščapovskij und N. N. Chudjakova, Bestimmung von Kobalt 209
Gopalakrishna, V., und Bh. S. V-Raghava Rao, Photometrische Bestimmung des Zirkoniums mit Alizarinblaus 67
Gordeeva, M. N., siehe Moračevskij, Ju. V.
Gordon, H. T., Lokalisierung UV-absorbierender Substanzen in Papierchromatogrammen 41
Gordon, M. W., siehe Gaitonde, M. K.
Gorjušina, V. G., und E. Ja. Birjukova-Gajlis, Bestimmung von Phosphor in Vanadium und Vanadiumpentoxyd 143
Gotô, H., und Y. Kakita, Bestimmung von Antimon 68
Gotô, H., Y. Kakita und M. Sase, Bestimmung von Antimon, Zinn und Arsen in Ferrowolfram 451
Gotô, H., und J. Kobayashi, Zusammensetzung und Dissoziationskonstante des Antimon-Tartratkomplexes 204
Grabar, P., Untersuchung von Präalbuminen 391
Grabowski, R. J., und R. C. Unice, Bestimmung von Barium und Strontium 362
Grady, J. R., siehe Orr, W. L.
Gräub, R., siehe Büchi, J.

Graham, H. M., siehe Proffit, J. R.
Granatelli, L., siehe West, Ph. W.
Grasshoff, K., und H. Hahn, Über das polarographische Verhalten der Heteropolysäuren des Molybdäns. I. Mitteilung. Zur Polarographie der Molybdatokieselsäure 247 [Or]
Grassmann, W., und K. Hannig, Elektrophoretische Technik 42
Grau, R., und A. Mirna, Nachweis von verdorbenem aber regeneriertem Schweineschmalz 293
Green, C., siehe Chargaff, E.
Gregorowicz, Z., Beitrag zur colorimetrischen Bestimmung von Nickel mit Dimethylglyoxim 241 [Or]
Grinberg, A.A., und L. V. Šicheeva, Oxydation von Oxalatotitankomplexen durch Kaliumpermanganat 130
Griso, V. A., und Je. N. Poluektova, Bestimmung von Borsäure mit H-Resorcin als Reagens 200
Gronsberg, E. Š., Bestimmung von Benzaldehyd in der Luft 132
Gruber, K., siehe Kratzl, H.
Gudymenko, K. F., M. U. Belyj und M. A. Skačko, Bestimmung von zweiwertigem neben vierwertigem Zinn in alkalischen Verzinnungsbädern 464
Guedes de Carvalho, R. A., Bestimmung von Titan neben Niob 366
Guérin, H., siehe Bastick, M.
Gupta, C. M., und R. S. Saxena, Bildung von Quecksilbermolybdat in saurer Lösung 59
Das Gupta, H. N., siehe Suryanarayana, S. V.
Gurvič, A. M., und T. B. Gapon, Chromatographische Trennung mit Hilfe komplexbildender Adsorbentien 40
Gyn, Li, siehe Busev, A. I.
Györbíró, K., Polarographische Bestimmung von Uran 365

Hachenberg, H., siehe Horn, O.
Hadorn, H., und R. Jungkunz, Bestimmung des Eigehaltes von Teigwaren 79
Hadorn, H., und H. Suter, Bestimmung chlorhaltiger Extraktionsmittelrückstände in coffeinfreiem Kaffee 295
Hagenauer-Castro, D., siehe Feigl, F.
Hahn, H., siehe Grasshoff, K.
Hahn, R. B., und F. M. Shellington, Bestimmung von Zink mit Thioacetamid 58
Hahn, R. B., siehe Keyworth, D. A.
Hahofer, E., und F. Hecht, Anreicherung von Uran 61
Hamaguchi, H., R. Kuroda und S. Endo, Spektralphotometrische Bestimmung von Nitrat und Nitrit 68
Hamdy, M., siehe Issa, I. M.
Hamm, R. E., Neuer „square-wave" Polarograph 46
Hammarsten, F. J., siehe Carubelli, R.
Hannig, K., Apparatur zur kontinuierlichen Ablenkungselektrophorese bei hohen Feldstärken 42. — Siehe auch Grassmann, W.
Harfenist, E. J., siehe Craig, L. C.
Harkiss, K. J., und G. J. Rigby, Bestimmung von Desacetyldigilanid und Digitoxin und Gitoxin in Digitalis purpurea-Glykosiden 160
Harris, E. S., und J. J. Reik, Bestimmung von Meprobamat in Urin 309
Hartley, R. D., siehe Lawson, G. J.
Hashitani, H., und K. Motojima, Schnellbestimmung von Eisen und Aluminium in Gegenwart von Vanadium und Titan 372
Haslam, J., und A. R. Jeffs, Gaschromatographische Untersuchung von Lösungsmitteln für Kunststoffklebstoffe und Lacke 381
Hauser, T. R., siehe Sawicki, E.
Hausmann, W., siehe Craig, L. C.
Havel, S., siehe Vetešník, P.
Hazenberg, W. M., Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen 433
Headridge, J. B., und R. J. Magee, Papierchromatographische Trennung von Mg, Ca, Sr und Ba 57
Hecht, F., siehe Hahofer, E. sowie Korkisch, J., und A. J. Leeb
Heerwig, H., siehe Piffko, H.
Hegemann, F., W. Hert und W. Schmidt, Bestimmung von Aluminium im Glas 154
Hegemann, F., und L. Süss, Bestimmung von Natrium in aluminiumreichen Gläsern 153
Heilinger, F., siehe Breyhan, Th.
Heilmann, J., siehe Barrollier, J.
Hellhammer, D., und O. Högl, Papierelektrophorese von Eierproteinen 79
Hennart, C., und E. Merlin, Titration von Benztriazolen 289
Henry, R. J., Ch. Sobel und N. Chiamori, Bestimmung von Serumeisen und der Eisenbindungskapazität 387
Hepner, R. D., siehe Tallon, G. R.
Herbst, E. J., D. L. Keister und R. H. Weaver, Auftrennung von Ge-

mischen aus aliphatischen Monoaminen, Diaminen und Polyaminen 219
Herkenhoff, K., siehe Neuberger, A.
Herman, M., siehe Moretti, J.
Herrmann, R., siehe Thun, R.
Hert, W., siehe Hegemann, F.
Herty, C. H., G. R. Fitterer und W. Marshall, Bestimmung von Oxydeinschlüssen im Stahl 448
Hettler, H., Übersicht über die Untersuchung von anorganischen Phosphorverbindungen 366
Hewitt, B. R., Spektrophotometrische Bestimmung von Kohlenhydraten beim Wachstum der Chlorella 238
Higashi, S., Bestimmung von Thorium in organischen Materialien 307
Hindmann, W. M., siehe Zak, B.
Hiroi, K., siehe Ogata, H.
Hiskey, C. F., Bestimmung von Insulin 320
Hiskey, C. F., J. Rabinowitz und I. G. Young, Bestimmung von Insulin 320
Hobson, J. D., und D. Swinburn, Fehlerhafte Stickstoffwerte in Titanlegierungen 301
Hodos, M., siehe Ballczo, H.
Högl, O., siehe Hellhammer, D.
Hoffmann, G., siehe Hofmann, E.
Hoffmann, W., siehe Umland, F.
Hofmann, E., und G. Hoffmann, Papierchromatographischer Nachweis phenolischer Verbindungen 232
Hofmann, E., und A. Wünsch, Nachweis von Cyanamid, Dicyandiamid und ähnlichen Verbindungen 230
Hoigné, J., und T. Gäumann, Überlagerungsgerät für Hochfrequenztitrationen 49
Holeyšovský, V., siehe Mikeš, O.
Hollander, V. P., und J. Vinecour, Bestimmung von Steroidalkoholen 316
Holman, R. T., C. Nickell, O. S. Privett und P. R. Edmondson, Bestimmung von Hydroperoxyden neben Dialkylperoxyden und Ozoniden in ungesättigten Fettsäuren und ähnlichen Verbindungen 436
Holmes, D. C., siehe Fraser, J. R.
Homan, J. D. H., siehe Bouman, J.
Horn, O., U. Schwenk und H. Hachenberg, Erfahrungen bei der gaschromatographischen Analyse komplizierter Gasgemische 355
Horner, L., und E. Jürgens, Bestimmung organischer Persäure, Diacylperoxyd, Alkylhydroperoxyd, Dialkylperoxyd organischer Säuren nebeneinander 436
Hoverath, A., siehe Radmacher, W.
Howick, L. C., und R. T. Pflaum, Löslichkeit und thermische Stabilität der Tetraphenyloborate von Aminen 283
Hsu, Kwang-Hsien, siehe Sheau-Shya Kao
Huber, jr., F. E., D. L. Chase und E. J. Center, Bestimmung von Zinn in Zirkonium und anderen Nichteisenlegierungen 302
Human, J. P. E., Bestimmung der Sulfhydryl- und Disulfidgruppen in intakter Wolle 237

Ide, Y., siehe Misumi, S.
Ikeda, Ha., und Hi. Ikeda, Spektrophotometrische Bestimmung von Dihydrodesoxystreptomycin 305
Ikeda, Hi., siehe Ikeda, Ha. sowie Tsuji, K.
Iles, W. G., siehe Sharman, C. F.
Imoto, H., siehe Takagi, T.
Inarida, M., Trennung von Te^{IV} und Te^{VI} 70
Inczédy, J., Ergebnisse der Anwendung von Ionenaustauschern in der analytischen Chemie 358
Ingram, G., Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 433
Inoue, J., siehe Ishibashi, M.
Inuma, H., T. Yoshimori und H. Takeuchi, Bestimmung kleiner Bormengen 59
Ionova, K. I., und S. A. Genšaft Bestimmung von Magnesium in Gußeisen und Graphit 144
Ionova, L. A., siehe Karanovič, G. G.
Ironside, R., siehe Berman, S. S.
Ishibashi, M., T. Nagai, T. Fujinaga und W. Funasaka, Bestimmung von Wismut in Silber 298
Ishibashi, M., T. Shigematsu, Y. Jamamoto und J. Inoue, Spektralphotometrische Zinnbestimmung mit Phenylfluoron 204
Israel, Y., Polarographische oder polarometrische Methode zur Prüfung der Reinheit von Quecksilber 47
Issa, I. M., M. Hamdy und A. el Hadidy, Bestimmung von Mangan in chrom- und vanadiumhaltigen Stählen 147
Ivankova, A. I., siehe Ščerbov, D. P.
Ivanova, A. N., siehe Mustafin, I. S.
Iwamoto, R. T., Coulometrische Bestimmung von Aluminium 59
Iwasaki, M., H. Muramatsu und R. Kojima, Bestimmung von p- und m-Chlorbenzotrifluoriden 440

Jackson, R. C., W. Stross und L. H. Wadsworth, Bericht über die gebräuchlichsten Magnesiumbestimmungsverfahren in Aluminiumlegierungen 444
Jackwerth, E., und H. Specker, Zur Bestimmung von Solvatationszahlen extrahierter anorganischer Verbindungen 340 [Or]
James, A. T., und A. J. P. Martin, Bestimmung von Alkoxylgruppen 435
Janečková, E., siehe Jokl, V.
Jarkowski, T. L., siehe Zak, B.
Javes, A. R., und C. Liddell, Untersuchung kleiner Erdölproben 376
Jayle, M. F., und D. Malassis, Bestimmung von Dehydroepiandrosteron im Harn 392
Jeffs, A. R., siehe Haslam, J.
Jenkins, E. N., siehe Phillips, G.
Jennings, V. J., siehe Bishop, E.
Jensen, K. K., siehe Sawyer, D. T.
Jenšovsky, L., Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff in der Luft 131
Jervis, R. E., siehe Mackintosh, W. D.
Johannesson, J. K., Bestimmung von Jodid 207
Johansson, G., K. J. Karrman und A. Norman, Untersuchung von Cholsäurederivaten 318
Johnson, A. H., und A. Timnick, Hochfrequenztitrimeter mit hoher Arbeitsfrequenz 49
Johnson, J. B., siehe Whitehurst, D. H.
Johnson, J. F., siehe Spencer, Ch. F.
Jokl, V., und E. Janečková, Sichtbarmachung von Barbituraten bei der Papierchromatographie 304
Jolivet, R., Analyse flüchtiger Fettsäuren 226
Jonckers, M. D. E., und A. Daniëls, Spektralanalytische Untersuchung von Stählen und Thomas-Gußproben nach der Profilierungsmethode 447
Jones, H. S., und M. L. Terry, Bestimmung des Bromidspiegels in kleinsten Serummengen 308
Jones, W. L., und R. Kieselbach, Analytische Anwendungen der Gaschromatographie sowie Definitionen und Meßeinheiten 354
de Jong, R. N., siehe Tourtellotte, W. W.
Jordan, K., und W. R. Fischer, Die Bestimmung kleiner Wassergehalte in Aceton und ihre Entfernung 182 [Or]
Jordan, K., und K. Picard, Bestimmung von Niob und Titan in technischer Tantalsäure 157
Jouan, P., siehe Cormier, M.
Jowett, H. A. D., und C. E. Potter, Bestimmung von Salicin 159
Jud, L., siehe Rosenthal, H. L.
Judelevič, I. G., und V. G. Kovaleva, Spektrographische Untersuchung von Blei, Wismut und Zinn auf Fremdmetalle 300. — Bestimmung von Verunreinigungen in elementarem Tellur 446
Jürgens, E., siehe Horner, L.
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.
Jungreis, E., siehe Feigl, F.
Jurečak, M., siehe Gasparič, J.

Kabil, A., siehe Prey, V.
Kahovec, J., und H. Werner, Röntgen-Kleinwinkelstreuung 352
Kainz, G., und F. Kasler, Gaschromatographische Untersuchung des Azotometergases, das bei der Stickstoffbestimmung nach Dumas entsteht 425 [Or]
Kakita, Y., siehe Gotô, H.
Kaldor, I., Bestimmung von Serumeisen und der Eisenbindungskapazität 387
Kalinskij, Ja. M., Spektralanalytische Bestimmung von Silicium, Aluminium und Eisen in aluminothermisch dargestelltem Chrom 143
Kallmann, S., R. Liu und H. Oberthin, Polarographische Bestimmung geringer Zinnmengen 66
Kanno, T., Bestimmung von Germanium mit Quercetinsulfonsäure 204
Kao, Sheau-Shya, siehe Sheau-Shya Kao
Kapétanidis, I., siehe Wenger, P.-E.
Kaputovskaja, G. V., siehe Markovskij, L. Ja.
Karanovič, G. G., L. A. Ionova und B. L. Podolskaja, Photometrische Bestimmung von Gallium mit Gallion 203
Karbach, L., Bestimmung von Eisen im salzsauren Bodenauszug 459
Kardos, E., siehe Szekeres, L.
Karrman, K. J., siehe Johansson, G.
Kartha, A. R. S., und R. Narayanan, Bestimmung gesättigter aliphatischer Monocarbonsäuren 227
Kasatkin, E. V., Kontinuierliche amperometrische Bestimmung von Ozon in Stickstoff oder Sauerstoff 133
Kaškovskaja, E. A., siehe Mustafin, I. S.
Kasler, F., siehe Kainz, G.
Katz, M., H. P. Sanderson und M. B. Ferguson, Kohlenstoffgehalt von Staubpartikeln in der Luft 130

Kaufmann, H. P., und M. M. Deshpande, Bestimmung cyclischer Fettsäuren 441
Kaufmann, H. P., und E. Mohr, Papierchromatographie der Fettsäuren 438
Kaufmann, H. P., und W. Nitsch, Papierchromatographische Untersuchung von Fettsäuren 438
Kaup, R. R., siehe Steyermark, A.
Kawase, A., siehe Yanagihara, T.
Keeler, R. A., siehe Anderson, C. J.
Keister, D. L., siehe Herbst, E. J.
Keulemans, A. I. M., siehe Ambrose, D.
Keyworth, D. A., und R. B. Hahn, Natriumhydrogendiglykolat als Puffersubstanz 51
Kiboku, M., und C. Yoshimura, Bestimmung von Uran, Vanadium Molybdän und Wolfram 202. — Siehe auch Yoshimura, C.
Kick, H., Bestimmung von Calcium in Bodenauszügen 459
Kicklighter, R. C., siehe Kouba, D. J.
Kiehl, L., siehe Morand, A. M.
Kienberger, C. A., Bestimmung von Uran in Uranhexafluorid 458
Kieselbach, R., siehe Jones, W. L.
King, E. R., siehe Druyan, R.
Kinnunen, J., und B. Wennerstrand, Chelatometrische Titration von Molybdän und Wolfram 71
Kirby, K. W., und R. H. A. Crawley, Bestimmung von Uran, Zirkonium, Magnesium und Eisen in Wismutlegierungen 445
Kircher, H. W., Bestimmung des Acetylierungsgrades 228
Kirsten, W., und S. Ehrlich-Rogozinsky, Bestimmung von Jod in organischen Verbindungen 214
Kiržner, P. M., siehe Tolmačev, V. N.
Kiss, S. A., Bestimmung von Kupfer(I)- und Kupfer(II)-ionen 360
Kizina, V. Je., Bestimmung der Thrombokinase bei der Bestimmung des Blut-Prothrombins 393
Klemm, L. H., J. W. Sprague, H. Ziffer und B. I. Macgowan, Bestimmung des komplexbildenden Agens in polynitroaromatischen Molekularverbindungen 286
Klinger, P., und W. Koch, Bestimmung von Oxydeinschlüssen im Stahl 448
Kljušin, G. A., Spektralanalytische Bestimmung von Kupfer in Stahl 145
Klozar, V., siehe Čůta, F.
Knickmann, E., siehe Thun, R.
Knowles, G., siehe Dyke, G. V.
Kobayashi, J., siehe Gotô, H.
Kobert, K., Farbreaktion ungesättigter Verbindungen 217
Koch, O. G., siehe Meyer (Mayer) S.
Koch, W., siehe Klinger, P.
Kochloefl, K., siehe Komers, R.
Kocialkowski, Z., siehe Wiewiórowski, M.
Körbl, J., Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 434
Körbl, J., und K. Blabolil, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 434
Körbl, J., und F. Vydra, Fluoresceinkomplexon 50
Körbl, J., F. Vydra und R. Přibil, Untersuchungen an Fluoresceinkomplexon 50, 51
Kogan, I. B., Bestimmung von Phthalsäureanhydrid in der Luft mit Betriebspolarogrammen 132
Kojima, R., siehe Iwasaki, M.
Kolmerten, J., und J. Epstein, Bestimmung kleiner Mengen Tetramethylphosphoniumchlorid 220
Kolthoff, I. M., siehe Stricks, W.
Komers, R., K. Kochloefl und V. Bazant, Gaschromatographische Trennung der Methylcyclohexanole 121
Komissarenko, V. S., Bestimmung von Lithium und Natrium in Laugen 154
Kononenko, L. I., siehe Poluektov, N. S.
Korenman, I. M., und V. P. Kutjin, Mikrokristallreaktionen in Schmelzen 126
Korkisch, J., A. Farag und F. Hecht, Anreicherung von Uran mit Ionenaustausch zur Bestimmung von Uran in festen Proben 61
Koršunov, I. A., A. I. Subbotina und V. I. Gnezdov, Chromatographische Trennung von Eisen(III) und Kobalt (II) 74
Kostrikin, Ju. M., und V. A. Rumjanceva, Bestimmung von freier Schwefelsäure in Kesselablagerungen 153
Kouba, D. J., R. C. Kicklighter und W. W. Becker, Bestimmung von Pentrit und Hexogen 384
Kovalenko, P. N., Titrimetrische Bestimmung von Wismut mit Hilfe des Verfahrens der Zusätze 205
Kovaleva, V. G., siehe Judelevič, I. G.
Kozlovskij, M. T., siehe Buchman, S. P.

Kratzl, H., und K. Gruber, Quantitative Trennung und Bestimmung von Alkoxylgruppen 435
Krause, H., Bestimmung von Wismut 205
Krešković, A. P., und V. A. Bork, Bestimmung der Beimengungen von Alkoholen und Phenolen in siliciumorganischen Verbindungen, die Äthoxy-, Methoxy- und Phenoxygruppen enthalten 382
Kruglova, T. E., siehe Moračevskij, Ju. V.
Kubina, H., und J. Plichta, Bestimmung von Wismut 205
Kuck, J. A., Betrachtungen über die quantitative organische Mikroanalyse 433
Kudelja, E. S., Bestimmung von Kohlenstoff in Chromnickelstählen 145
Kühn, H., siehe Lück, H.
Kukal-Belohlavy, M., und L. Schmid, Bestimmung von Dehydracetsäure 233
Kurjakova, L. G., siehe Štifman, L. M.
Kuroda, R., siehe Hamaguchi, H.
Kustanovič, I. M., Von der Struktur der Probe unabhängiges spektralanalytisches Verfahren 37
Kutejnikov, A. F., Anwendung von Arsenazoreagens für die Bestimmung verschiedener Elemente 359
Kutjin, V. P., siehe Korenman, I. M.
Kuzmina, L. P., siehe Sokolov, V. A.
Kuznecov, V. I., L. M. Budanova und L. A. Nenaševa, Reagens zur Bestimmung von Magnesium 360
Kuznecov, V. I., L. G. Loginova und G. V. Mjasoedova, Bestimmung von Molybdän in natürlichen Wässern 297
Kuznecov, V. I., G. I. Malofeeva und I. V. Nikol'skaja, Thorium- und Uranbestimmung in Sandsteinen 454
Kuznecova, V. G., siehe Lukašova, E. N.
Kwang-Hsien Hsu, siehe Sheau-Shya Kao

Laitinen, H. A., W. S. Ferguson und R. A. Osteryoung, Polarographisches Verhalten von Metallionen in der eutektischen Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelze 47
Laitinen, H. A., und H. C. Gaur, Chronopotentiometrische Messungen im Schmelzfluß 47
Laitinen, H. A., C. H. Liu und W. S. Ferguson, Polarographisches Verhalten von Metallionen in der eutektischen Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelze 47
Lakomkin, I. G., Bestimmung von Phosphorsäure in Superphosphaten mit Hilfe von Ionenaustauschern 156
Landry, A. S., Einfach herzustellende Kalomelbezugselektrode 50
Langecker, H., Bestimmung von 17-Ketosteroiden 318
Lapin, L. N., und N. V. Reis, Bestimmung von Kupfer in Eisen und Stahl 448
Lassner, E., und R. Scharf, Photometrische Molybdänbestimmung neben Wolfram als Molybdän(V)-ÄDTA-Komplex 30 [Or]. — Zur komplexometrischen Titration von Molybdän. II. Mitteilung 429 [Or]
Lauer, R. S., siehe Poluektov, N. S.
Lavery, H., Differentialthermoanalyse von Fetten 229
Law, W., siehe Crawford, T. B. B.
Lawson, G. J., und R. D. Hartley, Papierchromatographische Trennung organischer Säuren 227. — Siehe auch Ahmed, M. N.
Lazarev, A. I., und V. I. Lazareva, Photocolorimetrische Bestimmung von Molybdän in Stählen, Wolfram- und Rheniumpräparaten 146
Lazareva, V. I., siehe Lazarev, A. I.
Lebedeva, T. A., siehe Vendt, V. P.
Lederer, M., Bestimmung von Rhodium(III)-hydroxyd durch Papierelektrophorese und Chromatographie 77
Lee, jr., J. E., siehe Susano, C. D.
Leeb, A. J., und F. Hecht, Die Bestimmung von Kupfer in Stahl, Ferrolegierungen, Aluminium, Chrom-Kobalt, Mangan und Nickel. Extraktionsverfahren mit 2,2′-Dichinolyl 101 [Or]
Lees, M., siehe Folch, J.
Leitman, Ja. I., und M. S. Pevzner, Analyse von Gemischen der isomeren Xylole und Äthylbenzol 285
Lerner, M. W., siehe Bertram, H. W.
Levin, L., und W. B. Swann, Bestimmung von Mikrogrammengen Sulfidschwefel 205
Levine, C., siehe Chargaff, E.
Ley, F. J., siehe Bidmead, D. S.
Liberti, A., G. P. Cartoni und U. Pallotta, Trennung von Fettsäuren in Form ihrer Methylester und Bestimmung durch coulometrische Titration 225
Liddell, C., siehe Javes, A. R.

Light, A., und M. V. Simpson, Bestimmung der Wirksamkeit von Insulin 320
Linde, H. W., und L. B. Rogers, Analyse von flüchtigen 2-Komponentenmischungen durch Wärmeleitfähigkeitsmessungen an ihren Dämpfen 120
Linskens, H. F., Einrichtung zum Ausmessen von Radiochromatogrammen und Pherogrammen 357
Lipkin, M. R., siehe Wood, J. C. S.
Lissitzky, S., siehe Vigne, J.
Liteanu, C., und I. Máthé, Oxydation der Indicatoren bei der bromatometrischen Titration von Arsen 50
Liu, R., siehe Kallmann, S., sowie Laitinen, H. A.
Loginova, L. G., siehe Kuznecov, V. I.
Longuet, P., und L. Burglen, Bestimmung von Kieselsäure 454
Loškareva, G. V., Spanlose Eisen-, Kobalt- und Kupferbestimmung in metallischem Nickel 148
Lott, P. F., R. K. Vitek und K. L. Cheng, Bestimmung von Palladium mit Dimethylglyoxim oder Chinaldinsäure 373
Ludzack, F. J., siehe Moore, W. A.
Lück, H., und H. Kühn, Infrarotspektroskopische Untersuchungen an Butter und Margarine 80
Lüthi, H., siehe Vetsch, U.
Lukaševič-Duvanova, Ju. T., Bestimmung von Oxydeinschlüssen im Stahl 448
Lukašova, E. N., N. M. Baram und V. G. Kuznecova, Analyse von Borfluorborat-Kupfer-Elektrolyten 463
Luke, C. L., Bestimmung von Spuren Bor in Nickel 147. — Spektralphotometrische Zinnbestimmung mit Phenylfluoron 204
Luke, C. L., und S. S. Flaschen, Curcuminmethode zur Bestimmung von Bor in Silicium 140
Lukin, A. M., und G. B. Zavarichina, Gallion als Reagens 203
Lunan, K. D., siehe Downs, J. J.
Lundegårdh, H., Emission von Indium in der Luft-Acetylenflamme 203

Ma, T. S., Bestimmung von Fluor in organischen Substanzen 434
McBryde, W. A. E., siehe Berman, S. S.
McCready, R. M., H. A. Swensen und W. D. Maclay, Bestimmung von Uronsäuren 438
Macdonald, A. M. G., siehe Belcher, R.
McDonald, H. J., L. V. McKendell und E. W. Bermes jr., Zentrifugal beschleunigte Ringchromatographie 356
Mčedlišvili, V. A., Bestimmung für Oxydeinschlüsse im Stahl 448
McGee, B. E., siehe Steyermark, A.
Macgowan, B. I., siehe Klemm, L. H.
Mackanova, M. A., siehe Vanag, G. Ja.
McKendell, L. V., siehe McDonald, H. J.
McKinney, Ch. R., siehe Chow, T. J.
Mackintosh, W. D., und R. E. Jervis, Bestimmung kleiner Mengen Hafnium in Zirkonium und Zirkoniumlegierungen 139
MacLay, W. D., siehe McCready, R. M.
Madhava Menon, V. P., und M. Sankar Das, Mikrobestimmung von Magnesium und Calcium nebeneinander 56
Magee, R. J., siehe Headridge, J. B.
Maier, R. H., und J. S. Bullock, Bestimmung von Zink in pflanzlichem Material mit Zincon 239
Majumdar, A. K., und M. M. Chakrabartty, Spektrophotometrische Bestimmung von Palladium 210
Maksimyčeva, Z. T., und N. Abdusaljamov, Gravimetrische Bestimmung von Kalium 53
Malassis, D., siehe Jayle, M. F.
Maljutina, T. M., siehe Dobkina B. M.
Malofeeva, G. I., siehe Alimarin, I. P. sowie Kuznecov, V. I.
Mamantov, G., P. Papoff und P. Delahay, Zusammenhänge bei der voltammetrischen Analyse 48
Mann jr., L. T., siehe Downs, J. J.
Manoušek, O., siehe Davídek, J.
Marigo, M., siehe Fiori, A.
Markova, A. I., Bestimmung von Mikromengen von Metallen mit Dithizon 359
Markovskij, L. Ja., und G. V. Kaputovskaja, Analyse von elementarem Bor und Boriden 363
Marks, A. G., und F. E. Beamish, Trennung von Rhodium und Iridium, von Eisen, Nickel und Kupfer 77
Markunas, P. C., siehe Cundiff, R. H.
Marshall, W., siehe Herty, C. H.
Martin, siehe Vertalier
Martin, A. J. P., siehe James, A. T.
Martin, C. C., siehe Wood, J. C. S.
Martin jr., E. L., siehe Merritt jr., L. L.
Martin, I., Nachweis von Butan-2,3-dion, Pentan-2,3-dion und Glyoxal in Zigarettenrauch 385

Marvillet, L., und J. Tranchant, Bestimmung von Diphenylamin in Pulver 384
Maslennikov, A. S., Bestimmung von Cyclohexanon in Gegenwart anderer Ketone 288. — Bestimmung von Cyclohexanon und Cyclohexanol nebeneinander 441
Maslennikov, B. M., und L. V. Romanova, Halbquantitative Bestimmung von Bor in Erzen und Mineralien 59
Matano, N., siehe Yanagihara, T.
Máthé, I., siehe Liteanu, C.
Matrka, M., und F. Navrátil, Bestimmung von 2-Naphtholsäuren durch Titration mit Jodlösung 440
Matsubara, M., Einfluß der Reagenszusammensetzung bei der colorimetrischen Phosphorsäurebestimmung mit Vanadomolybdatreagens 367
Matsumoto, T., Bestimmung von Kupfer als Oxalat 54. — Bestimmung von Kupfer neben Cd, As und Al 54
Matsuo, S., siehe Oka, Y.
Matsuyama, G., siehe Fett, E. R.
Mattraw, H. C., siehe Brabson, J. A.
Maurice, M. J., und B. G. Wiggers, Über die Vergleichung der Genauigkeiten von zwei Analysenmethoden 335 [Or]
Maxwell, G. E., siehe Brabson, J. A.
Mayer, S., siehe Meyer, S.
Mázor, L., siehe Erdey, L.
Mazza, A., siehe Berlingozzi, S.
Melamed, S. G., siehe Černichov, Ju. A.
Melnick, F. A., siehe Peterson, J. I.
Meluzova, G. B., siehe Berezin, I. V.
Menis, O., siehe Powell, R. H.
Menzies, A. C., Entwicklung der automatischen spektrochemischen Analyse 38
Merlin, E., siehe Hennart, C.
Merrill, J. A., siehe Puphal, K. W.
Merritt jr., L. L., E. L. Martin jr. und R. D. Bedi, Gerät zur Ausführung elektrolytischer Oxydationen und Reduktionen bei kontrolliertem Elektrodenpotential 53
Meyer (Mayer), S., und O. G. Koch, Füllvorrichtung für einfache Mikrobüretten 52. — Schnellbestimmung von Blei in Automatenstahl 449
Michailov, V. A., Bestimmung von Uran(VI) mit Ferron 201
Michalec, Č., Bestimmung von Sterinen 315
Migeon, J., Bestimmung von Zink in Eisenmetallen 450
Mikeš, O., und V. Holeyšovský, V., Nachweis schwefelhaltiger Aminosäuren und ihrer Peptide in Eiweißhydrolysaten 311
Mikhailov, M. K., Bestimmung der Flavonoide im Tabak 387
Miller, J. F, siehe Drushel, H V.
Miller, K. D., Chromatographische Isolierung vom Plasma-Prothrombin- und trans-α-Glucosylase 394
Miller, W. E., Mit Indicatoren angefärbte Ionenaustauschharze bei Säure-Base-Titrationen 51
Mirna, A., siehe Grau, R.
Misra, S., siehe Sen, A. B.
Misumi, S., T. Taketatsu und Y. Ide, Bestimmung von Mikromengen Cer(III) 364
Mitchell, Th. G., siehe Druyan, R.
Miyahara, K., siehe Mizukami, S.
Mizukami, S., K. Miyahara und K. Numoto, Mikrostickstoffbestimmung nach Dumas 212
Mjasoedova, G. V., siehe Kuznecov, V. I.
Modreanu, F., S. Fişel und A. Carpov, Trennung von Kalium, Rubidium und Caesium 54. — Siehe auch Fişel, S.
Mohr, E., siehe Kaufmann, H. P.
Molnár, L. G., siehe Szekeres, L.
Monnier, D., siehe Wenger, P.-E.
Monty, K. J., Bestimmung gesättigter aliphatischer Carbonylverbindungen in Gemischen 221
Moore, F. L., Bestimmung von Ionium in fluorierten uranhaltigen Lösungen 461. — Bestimmung von Neptunium-239 und Plutonium-239 in Uranylsulfatlösungen und Kühlmantel-Lösungen homogener Reaktoren 462
Moore, S., und W. H. Stein, Trennung von Aminosäuregemischen 294
Moore, W. A., F. J. Ludzack und C. C. Ruchhoft, Bestimmung des Sauerstoffverbrauches von Wasser 134
Moračevskij, Ju. V., M. N. Gordeeva und T. E. Kruglova, Papierchromatographische Trennung von Uran. Vanadium und Eisen 63
Morand, A. M., und L. Kiehl, Bestimmung von Kieselsäure 454
Moretti, J., und M. Herman, Fraktionssammler zum Sammeln von Fraktionen mit konstantem Volumen 130
Morinaga, K., siehe Dōno, T.
Mosquera, J., siehe Prieto, A.
Motojima, siehe Hashitani, H.
Mukaewaki, K., Schnellbestimmung von Natriumnitrat, Natriumnitrit,

Chrom und Eisen in geschmolzenen Ätzalkalien als Beizen für Eisen und Stahl 461
Munemori, M., Bestimmung von Methylenblau und Indigocarmin 288
Murai, K., Bestimmung von Hesperidin und Eriodictin in Citrin 159
Muramatsu, H., siehe Iwasaki, M.
Murray, J. E., siehe Bertram, F. W.
Mustafin, I. S., E. A. Kaškovskaja und A. N. Ivanova, Komplexometrische Magnesiumbestimmung mit neuem Indicator 129

Nacey, J. F., siehe Chapman, D.
Nachod, F. C., siehe Tuckerman, M. M.
Nagai, T., siehe Ishibashi, M.
Nagasawa, M., Bestimmung von Chininsäure in Tabak 386
Nagy, Gy., siehe Upor, E.
Nagy, M., siehe Szekeres, L.
Nakagawa, G., siehe Dōno, T.
Nakano, K., H. Tadano und Y. Ohira, Konstruktion von Meßzellen für Hochfrequenztitrationen 49
Narayanan, R., siehe Kartha, A. R. S.
Navrátil, F., siehe Matrka, M.
Nazarenko, V. A., Je. A. Birjuk und R. V. Ravickaja, Bestimmung kleiner Beimengungen von Indium in Germaniummetall 300
Nazarenko, V. A., und G. V. Fljantikova, Bestimmung von Silicium in Antimon, Gallium, Indium und Thallium von hoher Reinheit 141. — Bestimmung der Beimengungen von Cadmium in reinem Indium- und Thalliummetall 138
Needham, M. F., siehe Brabson, J. A.
Nelson, N. A., siehe Ressler, N.
Nenaševa, L. A., siehe Kuznecov, V. I.
Neu, R., Bestimmung von 1,ω-Dihydroxypolyäthylenoxyden 233. — Nachweis von Hydroxyphenyl-benzo-γ-pyronen 287
Neuberger, A., E. Schöffmann und K. Herkenhoff, Arbeitsvorschriften zur raschen flammenphotometrischen Bestimmung verschiedener Stoffe in Erzen aus einer Einwaage 150
Neumann, J., V. Štěpánková und Z. Aunický, Bestimmung von p-Nitroäthylbenzol sowie von p-Nitroacetophenon 440
Nickell, C., siehe Holman, R. T.
Niederhellmann, K. H., siehe Aly, F. W.
Nielsch, W., Bestimmung von Pyridin und seinen Derivaten mit Cyanid und Chloramin T 289. — Nachweis und Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid und seinen Metaboliten nach Überführung in Isonicotinsäure 290
Nijland, M. M., und P. J. H. Eggels, Amperometrische Bestimmung von Jodid und Chlorid nebeneinander 72
Niki, E., siehe Takahashi, T.
Nikitana, E. I., Photocolorimetrische Bestimmung von Silicium in Kupferlegierungen 135, 136
Nikolaev, N. S., und I. F. Alenčikova, Wasserbestimmung in flüssigem Fluorwasserstoff 158
Nikolaeva, E. P., siehe Alimarin, I. P.
Nikolaeva, Je. R., siehe Preveal'skij, Je. S.
Nikol'skaja, I. V., siehe Kuznecov, V. I.
Nilsson, A., siehe Brattsten, I.
van Nispen tot Pannerden, E. B. L. M. Gerät zum Auswaschen von Elektrophoresestreifen 42
Nitsch, W., siehe Kaufmann, H. P.
Nomura, T., siehe Dōno, T.
Nordling, W. D., Verwendung der Fluoborsäure als Aufschlußmittel zur Bestimmung von Kupfer in Eisen- und Nichteisenlegierungen 143
Norman, A., siehe Johansson, G.
Norwitz, G., Bestimmung von Diäthyl- und Dibutylphthalat in Treibmitteln 240. — Siehe auch Codell, M.
Nosek, M. V., siehe Buchman, S. P.
Novák, J., siehe Doležal, J.
Numoto, K., siehe Mizukami, S.
Nyman, C. J., und E. P. Parry, Untersuchungen zur Polarographie des Thioharnstoffs 230

Oberthin, H., siehe Kallmann, S.
Obtemperanskaja, S. I., siehe Terentev, A. P.
Oehme, F., Konstruktion und meßtechnische Eigenschaften eines Hochfrequenztitrimeters 48
Ogata, H., und K. Hiroi, Bestimmung kleinster Mengen Magnesium 56
Ohira, Y., siehe Nakano, K.
Oka, Y., und S. Matsuo, Bestimmung von dreiwertigem Eisen mit Tropolon 208
Okazaki, Y., Bestimmung von Rohfett in Rohdrogen 303
O'Laughlin, J. W., siehe Banks, Ch. V.
O'Neal, F. B., und J. Carlton, Nachweis chromatographisch getrennter Carbonsäureester 227
Onosova, S. P., und V. E. Dmitriev, Nachweis von Uranylion 202

Oreško, V. F., und Z. I. Genserovskaja, Papierchromatographische Trennung von Eisen und Kupfer in Gegenwart von Kohlenhydraten 208
Oročko, A. I., siehe Epik, P. A.
Orr, W. L., und J. R. Grady, Bestimmung von Chlorophyllderivaten in marinen Ablagerungen 152
Osborn, G. H., Bestimmung von Zinkoxyd in Zinkstaub 444
Oščapovskij, V. V., siehe Golovaty, R. N.
Oster, H. D., siehe Ressler, N.
Osteryoung, R. A., siehe Laitinen, H. A., sowie Tuckerman, M. M.
Otozai, K., siehe Fukushima, S.
Otter, I. K. H., Schnelle Verbrennung von organischen Verbindungen 215. — Schnellbestimmung von Stickstoff nach Dumas 211

Palilla, F., siehe Bastian, R.
Pallotta, U., siehe Liberti, A.
Pápay, M., siehe Erdey, L.
Papoff, P., siehe Mamantov, G.
Parfentjev, I. A., siehe Rafferty, N. S.
Parker, J. A., siehe Tourtellotte, W. W.
Parks, L. M., siehe Childs, R. F.
Parry, E. P., siehe Nyman, C. J.
Parsons, J. S., Analytische Verwendung selektiv durchlässiger Membranelektroden 43
Patt, P., siehe Erbring, H.
Paulig, G., Über eine Methode zur Bestimmung von Alodan-Rückständen in Getreide 401 [Or]
Paulson, J. C., siehe Durso, D. F.
Pecsok, R. L., siehe Sawyer, D. T.
Pelikán, J. B., siehe Čupr, V.
Pella, E., Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 434
Perkins, M., und G. F. Reynolds, Polarographische Aluminiumbestimmung 60
Pernarowski, M., und D. W. Blackburn, Titration von organischen Basen mit Chlorbenzol 291
Pernow, B., siehe Dunér, H.
Persson, A., Bestimmung von Salicin 159
Pesez, M., Bestimmung von Cardenolid- und Digitanolverbindungen 319
Peters, D. G., und E. H. Swift, Hydrolyse von Thioacetamid 52
Peterson, J. I., F. A. Melnick und J. E. Steers jr., Bestimmung von Sauerstoff im Stahl 146
Petretic, G. J., siehe Bertram, H. W.
Petronio, L., und S. Sartori, Bestimmung von Aldolasehydrase, Milchsäuredehydrase, Äpfelsäuredehydrase in menschlichem Blutserum 399
Petuchova, R. I., Spektralanalytische Bestimmung von Calcium und Silicium in Hochofenschlacken 152
Pevzner, M. S., siehe Leitman, Ja. I.
Peyron, L., Papierchromatographie mit radialer Entwicklung 40
Pflaum, R. T., siehe Howick, L. C.
Pfluke, M. L., siehe Rosenthal, H. L.
Phillips, G., J. Woodhead und E. N. Jenkins, Analyse ternärer Legierungen von Plutonium, Molybdän und Uran 137
Piazzi, M., siehe Bovalini, E.
Picard, K., siehe Jordan, K.
Piette, C., siehe Piette, M.
Piette, M., und C. Piette, Nachweis von Sulfomucopolysacchariden 391
Pietzsch, A., Nachweis der Anwesenheit cancerogener Kohlenwasserstoffe in neutralen Tabakrauchkondensaten 385
Piffko, H., und H. Heerwig, Bestimmung des Wassergehaltes in Rückständen, Bleicherden und festen Brennstoffen 375
Pignard, P., siehe Gautier, J. A.
Pilz, W., Bestimmung kleiner Mengen von Aminen, die aus aromatischen Isocyanaten in der Luft entstanden sind 296
van Pinxteren, J. A. C., siehe Deys, H. P.
Pittera, A., Bestimmung des mit Alkohol fällbaren Bilirubins der nicht fällbaren Fraktion aus Serum 394
Plaetschke, H., Schnellbestimmung von SO_3 in Aluminiumsulfat 264 [Or]
Plichta, J., siehe Kubina, H.
Pljuščeva, L. N., Spektralanalyse von Gußeisen 448
Plunkett, M. A., Nachweis organischer Verbindungen in marinen Ablagerungen 151
Podbel'skij, G. N., und O. V. Budrina, Bestimmung von Wasser in verschiedenen Stoffen 375
Podolskaja, B. L., siehe Karanovič, G. G.
van der Pol, H. J., Spektrophotometrische Bestimmung von Hexachlorophen, Bithionol in festen und flüssigen Seifen, Emulsionen und Stäubemitteln 383

Poljakov, P. M., A. K. Rusanov und L. M. Bloch, Spektralanalyse von Beryllium 136
Pollock, J. B., Bestimmung kleiner Mengen Wolfram in Erzen und ähnlichem Material 453
Poluektov, N. S., L. I. Kononenko und R. S. Lauer, Bestimmung von Ta, B, In und Re nach vorhergehender Extraktion 69
Poluektov, N. S., L. I. Kononenko und T. A. Suričan, Nitrobenzolazobrenzcatechin als Indicator bei der Trennung von Ti, Zr und Hf 67
Poluektova, Je. N., siehe Griso, V. A.
Porter II, J. T., Bestimmung von Zinn in Zirkoniumlegierungen 139
Posik, L. N., und I. M. Tenenbaum, Spezialapparatur für Schnellanalysen von Erzen mittels γ-Strahlung 452
Potter, C. E., siehe Jowett, H. A. D.
Powell, R. H., und O. Menis, Abtrennung des Fluors von anorganischen Verbindungen 206
Prey, V., und A. Kabil, Glasfaserpapier als „Reaktionsgefäß" 358
Přibil, R., siehe Körbl, J.
Prieto, A., und J. Mosquera, Untersuchung von Harnsteinen 396
Privett, O. S., siehe Holman, R. T.
Proffit, J. R., H. M. Graham, E. R. Purchase und R. C. Blume, Bestimmung von Essigsäureanhydrid 229
Prževal'skij, Je. S., Je. R. Nikolaeva und N. I. Udal'cova, Bestimmung von Uran(IV) mit Kaliumjodat 365
Przybylowicz, E. P., und L. B. Rogers, Bestimmung sekundärer Amine und Mercaptane 218
Przybylska, J., siehe Wiewiórowski, M.
Puphal, K. W., J. A. Merrill, G. L. Booman und J. E. Rein, Spektrophotometrische Bestimmung von Bor neben Uran und Aluminium 363
Purchase, E. R., siehe Proffit, J. R.
Purdy, W. C., siehe Garcia, L. M., sowie Stock, J. T.
Purnell, J. H., siehe Ambrose, D.

Rabinowitz, J., siehe Hiskey, C. F.
Radmacher, W., und A. Hoverath, Direkte Bestimmung des Sauerstoffs in organischen Substanzen (Druckfehlerberichtigung) 400
Radmacher, W., und W. Schmitz, Bestimmung des Phosphorgehaltes in festen Brennstoffen 234
Rády, G., siehe Erdey, L.
Rády, M., siehe Szekeres, L.
Rafferty, N. S., A. G. Tyrol jr. und I. A. Parfentjev, Bestimmung von Fibrinogen und γ-Globulin 390
Rall, H. T., siehe Coleman, H. J.
Ramaiah, N. A., Vishnu und R. K. Chaturvedi, Spektralphotometrische Bestimmung von Calcium in Zuckersäften 78
Ranskij, B. N., Bestimmung von Rhenium in molybdänhaltigen Produkten 157
Rao, Bh. S. V. Raghava, siehe Gopalakrishna, V.
Rao, G. Gopala, und V. Narayana Rao, Colorimetrischer Nachweis und Bestimmung von 2- und 3wertigem Eisen 73
Rao, G. Gopala, und M. Suryanarayana, A new Volumetric Method for the Determination of Molybdenum-(VI). Use of Hydrazine Sulphate as Reductant 177 [Or]. — Siehe auch Rao, V. Pandu Ranga
Rao, G. Jagga, und K. Bhaskara Rao, Cerimetric Determination of Mercury(I) 81 [Or]. — Siehe auch Rao, K. Bhaskara
Rao, K. Bhaskara, und G. Jagga Rao, Cerimetric Determination of Thallium(I) 83 [Or]. — Siehe auch Rao, G. Jagga
Rao, V. Narayana, siehe Rao, G. Gopala
Rao, V. Pandu Ranga, und G. Gopala Rao, Triphenylmethane Dyes as Oxidation-Reduction Indicators in Titrations with Cerium(IV) Perchlorate 172 [Or]
Rapi, G., siehe Berlingozzi, S.
Ravickaja, R. V., siehe Nazarenko, V. A.
Rây, P., siehe Xavier, J.
Reese, M., siehe Spitzy, H.
Rees-Evans, D. B., W. Ryan und R. A. Wells, Chromatographische Trennung von Platin, Palladium, Iridium und Rhodium 210
Reik, J. J., siehe Harris, E. S.
Reilley, Ch. N., und M. V. Sheldon, Titration von Cu, Zn, Cd, Ni und Hg 54. — Siehe auch Scribner, W. G.
Rein, J. E., siehe Puphal, K. W.
Reis, N. V., siehe Lapin, L. N.
Reith, J. F., und J. J. L. Willems, Bestimmung der schwefligen Säure in Lösungsmitteln 292
Repke, K., Bestimmung von Cardenolid- und Digitanolverbindungen 319

Ressler, N., N. A. Nelson und H. D. Oster, Serumelektrophorese in einem Flüssigkeitsfilm einer Pufferlösung mit Agar 312
Reynolds, G. F., und H. I. Shalgosky, Bestimmung von Indium in Zinklegierungen 137. — Siehe auch Perkins, M.
Riedel, K., Eine neue maßanalytische Methode zur indirekten Bestimmung von Phosphat mit Äthylendiamintetraacetat 106 [Or]
Riemer, G., siehe Stengel, E.
Rigby, G. J., siehe Harkiss, K. J.
Rijnders, G. W. A., Grundlagen der gaschromatographischen Trennungen 354
Rindi, G., Bestimmung von Tocopherol und Tocopherolacetat in Plasma 320
Rjabčikov, D. I., und L. V. Borisova, Bestimmung von Rhenium und Wolfram 207
Roberts, E., und G. Rouser, Reaktion von N-Äthylmaleinimid mit Sulfhydrylgruppen 217
Rochow, E. G., siehe Gingold, K.
Rodden, C. J., siehe Bertram, H. W.
Rogers, L. B., siehe Linde, H. W. sowie Przybylowicz, E. P.
Rohdewald, M., Enzymnachweis mit der chromatographischen Pinselmethode 399. — Siehe auch Zechmeister, L.
Rohdewald, M., und L. Zechmeister, Nachweis von Enzymen 399
Roizman, I. S., Bestimmung des Harnstoffs im Harn 389
Romanova, L. V., siehe Maslennikov, B. M.
Rosenbaum, C. K., und J. H. Walton, Bestimmung von Essigsäureanhydrid 229
Rosenthal, H. L., M. L. Pfluke und L. Jud, Bestimmung von Eisen im Serum 387
Rosenthaler, L., Farbreaktionen ungesättigter organischer Verbindungen 215. — Farbreaktionen von Alkoholen und Ketonen mit fuchsinschwefliger Säure 217
Roston, S., Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin in wäßrigen Lösungen 314
Roszkowski, E. S., siehe Bertram, H. W.
Rouquette, A., und J. Dumain, Löslichkeit von Milchpulver 294
Rouser, G., siehe Roberts, E.
Rozenberg, M. I., Bestimmung von Eisen und Aluminium in Eisen-Aluminiumbronzen 445
Ruchhoft, C. C., siehe Moore, W. A.
Rudij, R. I., siehe Borovik, S. A.
Ruiz, A. S., siehe Calvo, J. M.
Ruland, W., und H. Tschamler, Bestimmung der Aromatgrößenverteilung in einem Vitrit und seinen Extraktionsprodukten 375
Rumjanceva, V. A., siehe Kostrikin, Ju. M.
Rusanov, A. K., siehe Poljakov, P. M.
Rush, R. M., siehe Joe, J. H.
Ružička, E., Ascorbinometrische Bestimmung von Resazurin und Resorufin und ihren Derivaten 414 [Or]
Ryan, W., siehe Rees-Evans, D. B.
Ryžova, A. P., Bestimmung der Prothrombinzeit 393

Saito, T., siehe Sugihara, K.
Sajó, I., Bestimmung von Kieselsäure 454
Sakurai, H., siehe Takahashi, T.
Salaria, G. B. S., Schema einer qualitativen Analyse des unlöslichen Rückstandes 124
Sánchez-Pedreño, C., siehe Sierra, F.
Sanderson, H. P., siehe Katz, M.
Sandler, S., und Y.-H. Chung, Bestimmung von Wasserstoffperoxyd, Formaldehyd und Acetaldehyd 222
Sankar Das, M., siehe Madhava Menon, V. P.
Sant, B. R., Maßanalytische Bestimmung von Hydrazin 68
Sant, B. Suseela, Electrometric Titration of Alkaline Ferricyanide with Hydrazine Sulfate and Arsenic(III) 112 [Or]
Sartori, S., siehe Petronio, L.
Sase, M., siehe Gotô, H.
Sauer, K. H., siehe Fehér, F.
Sawicki, E., T. W. Stanley und T. R. Hauser, Bestimmung von aromatischen Kohlenwasserstoffen in der Luft 132
Sawyer, D. T., R. L. Pecsok und K. K. Jensen, Bestimmung von Halbstufenpotentialen aus dem registrierten Polarogramm 47
Saxena, R. S., siehe Gupta, C. M.
Ščegol, Š. S., Analyse von Lösungen von Chloriten und Chlordioxyd 370
Ščerbov, D. P., und A. I. Ivankova, Photometrische Bestimmung von Gallium 64
Scharf, R., siehe Lassner, E.

Schilt, A. A., Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Cyaniden 65
Schindler, H., Bestimmung von Spartein als Dipikrat und seine papierchromatographischen Eigenschaften 160
Schmid, L., siehe Kukal-Belohlavy, M.
Schmidt, W., siehe Hegemann, F.
Schmitz, W., siehe Radmacher, W.
Schneyder, J., Zusammensetzung des Weinhefeöls 79
Schöffmann, E., siehe Neuberger, A.
Schonenberger, M., siehe Schultze, H. E.
Schott, C., siehe Terres, E.
Schultze, H. E., M. Schonenberger und G. Schwieck, Bestimmung der Präalbumine 391
Schulz, M. E., und E. Voss, Bestimmung der Wasserverteilung in Butter 293
Schwabe, K., p_H-Messungen unter extremen Bedingungen 43. — p_H-Messungen in nicht rein wäßrigen Lösungen 44
Schwenk, U., siehe Horn, O.
Schwieck, G., siehe Schultze, H. E.
Scribner, W. G., und Ch. N. Reilley, Komplexometrische Titration von Metallen und organischen Verbindungen nach Reduktion mit flüssigen Amalgamen 127
Seaman, W., und E. Allen, Titration in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 291
Sease, J. W., siehe Trofimenko, S.
Šedivec, V., Polarographische Benzolbestimmung in technischen Benzinen 378
Seligmann, A. M., siehe Barnett, R. J.
Sen, A. B., und S. Misra, Gravimetric Estimation of Zirconium by m-Ethyl Phenoxyacetic Acid. Part I 343 [Or]
Sen, B., Maßanalytische Bestimmung von Kalium, Rubidium, Caesium, Thallium(I) und Ammonium 198
Serra, J., siehe Estevan, J.
Shah, R. A., siehe Belcher, R.
Shalgosky, H. I., siehe Reynolds, G. F.
Sharman, C. F., und W. G. Iles, Verrauchen von Zigaretten zur Bestimmung von Benzpyren 385
Shaw, W. M., Flammenphotometrische Bestimmung von Sulfat 368
Sheau-Shya Kao und Kwang-Hsien Hsu, Theoretische Zusammenhänge für die Form der Titrationskurven bei der Dead-stop-Methode 44
Sheldon, M. V., siehe Reilley, Ch. N.
Shellington, F. M., siehe Hahn, R. B.
Shigematsu, T., siehe Ishibashi, M.
Shigemoto, M., siehe Fukushima, S.
Shimomura, S., Bestimmung von Maleinhydrazid 231
Shukla, S. K., Perchlorsaure Auflösung von Rhodium(III)-hydroxyd 373
Šicheeva, L. V., siehe Grinberg, A. A.
Siddiqui, I. R., siehe Barker, S. A.
Sierra, F., und C. Sánchez-Pedreño, Über Adsorptionsindicatoren 128
Sikorska-Tomicka, H., siehe Czerepko, K.
Silland, Ch. A., siehe Aarna, A. Ja.
Simpson, M. P., siehe Blundy, P. D.
Simpson, M. V., siehe Light, A.
Sjavcillo, S. V., siehe Štifman, L. M.
Skačko, M. A., siehe Gudymenko, K. F.
Skanavi, M. D., Bestimmung kleiner Mengen Fluorwasserstoff mit Titanchromotrop-Reagens 206
Skinner, S. M., siehe Gaynor, J.
Skrube, H., siehe Spitzy, H.
Sloane Stanley, G. H., siehe Folch, J.
Smiley, W. G., Bestimmung von Sauerstoff im Stahl 146
Smirnov, Ju. K., siehe Geller, D. S.
Smith, G. F., siehe Banick jr., W. M.
Smith, W. O., siehe Carubelli, R.
Sobel, Ch., siehe Henry, R. J.
Sokolov, V. A., und L. P. Kuzmina, Chromatographische Analyse von Gasgemischen aus Kohlenwasserstoffen sowie Wasserstoff, Stickstoff, Kohlenstoffmonoxyd, Kohlendioxyd und Sauerstoff 133
Sonnenschein, W., Bestimmung kleinster Mengen Silicium in Wasser durch Extraktion des Silicomolybdänblaus als Aminsalz mit Chloroform und Photometrierung der Chloroformlösung 18 [Or]
Souček, M., Halbmikro- und Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 211
Southern, H. K., siehe Burke, T. E.
Specker, H., siehe Jackwerth, E.
Spencer, Ch. F., F. Baumann und J. F. Johnson, Untersuchung von Mercaptanen und Sulfiden als Geruchsträger von Gasen 296
Spitzy, H., M. Reese und H. Skrube, Bestimmung von Jod im Blutserum 308
Spoor, H., und H. Zahn, Eine Methode zur quantitativen papierchromato-

graphischen Bestimmung von sekundären Aminen und Amiden. 17. Mitteilung über Oligomere 190 [Or]
Sprague, J. W., siehe Klemm, L. H.
Stacey, M., siehe Barker, S. A.
Staněk, J., und J. Vacek, Bestimmung von Pentaerythrittetranitrat und Cyclotrimethylentrinitramin 384
Stanley, T. W., siehe Sawicki, E.
Stark-Mayer, C., siehe Feigl, F.
Steele, T. W., Differentialphotometrische Bestimmung von Uran 62
Steers jr., J. E., siehe Peterson, J. I.
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Stengel, E., und G. Riemer, Photometrische Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Bestimmung von Calcium und Magnesium (Berichtigung) 400
Štěpánek, J. M., und V. M. Černá, Bestimmung von Acrylnitril in Industriewaren, Nahrungsmitteln, Luft und biologischem Material 381
Stepanjuk, E. I., siehe Alimarin, I. P.
Štěpánková, V., siehe Neumann, J.
Steyermark, A., B. E. McGee, E. A. Bass und R. R. Kaup, Bestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen mit Stickstoff-Stickstoff- und Stickstoff-Sauerstoff-Bindungen 212
Štifman, L. M., S. V. Sjavcillo und L. G. Kurjakova, Polarographische Bestimmung von 2-Äthylanthrachinonderivaten 288
Stock, J. T., und L. M. Garcia, Nachweis von Arsen 68
Stock, J. T., und W. C. Purdy, Levin-Antimon-Mikroelektrode 50. — Siehe auch Garcia, L. M.
Štokalo, M. I., siehe Babko, A. K.
Stonhill, L. G., Bestimmung von Spuren Molybdän und Wolfram in Titanweiß 156
Strackenbrock, K.-H., Trennung von Urochromen in Trink- und Brauchwasser 297
Streuli, C. A., Untersuchung der Basizität neutraler Stickstoffbasen in Essigsäureanhydrid und einer Reihe basisch reagierender Stoffe (anionic bases) 219
Stricks, W., I. M. Kolthoff und N. Tanaka, Amperometrische Titrationen 237
Stross, W., siehe Jackson, R. C.
Stürzer, U., Radiometrische Titration von Nickel und Silber mit Kaliumhexacyanokobaltat(III) 209
Subbotina, A. I., siehe Koršunov, I. A.
Süss, L., siehe Hegemann, F.
Sugihara, K., und T. Saito, Bestimmung von Eisenspuren in analytisch reinem Natriumchlorid, Kalium- oder Natriumhydroxyd oder Natriumcarbonat 155
Suričan, T. A., siehe Poluektov, N. S.
Suryanarayana, M., siehe Rao, G. Gopala
Suryanarayana, S. V., A. K. Bose und H. N. Das Gupta, Bestimmung von Silber 360
Susano, C. D., J. C. White und J. E. Lee jr., Pyrohydrolyse von Fluoriden 60
Suseela B. Sant, siehe Sant, B. Suseela
Suter, H., siehe Hadorn, H.
Svennerholm, E., und L. Svennerholm, Bestimmung der Cerebroside in Plasma 388. — Bestimmung von N-Acetylneuraminsäure und N-Glykolylsialinsäure 398
Svennerholm, L., Bestimmung der Sialinsäuren in biologischem Material 397. — Siehe auch Svennerholm, E.
Swann, W. B., siehe Levin, L.
Swensen, H. A., siehe McCready, R. M.
Swift, E. H., siehe Bowersox, D. F. sowie Peters, D. G.
Swinburn, D., siehe Hobson, J. D.
Szekeres, L., L. G. Molnár und M. Nagy, Hydrazinometrische Bestimmung von Bromat- und Oxalationen 370
Szekeres, L., M. Rády und E. Kardos, Bestimmung von Jodat und Perjodat nebeneinander 371

Tadano, H., siehe Nakano, K.
Takagi, T., und H. Imoto, Bestimmung von Calcium und Magnesium aus konzentrierten Lösungen von Natriumchlorid 461
Takahashi, T., und E. Niki, Entwicklung des Registrierpolarographen 46
Takahashi, T., E. Niki und H. Sakurai, Apparatur zur coulometrischen Titration 45
Taketatsu, T., siehe Misumi, S.
Takeuchi, H., siehe Inuma, H.
Takiguchi, T., Bestimmung organischer Chlorsilane 221
Tallon, G. R., und R. D. Hepner, Bestimmung von p-Kresol in Industrieabwässern 443
Tanaka, N., siehe Stricks, W.
Tatwawadi, S. V., Colorimetric Titration of Vanadium with Alkaline

Ferricyanide 15 [Or]. — Siehe auch Deshmukh, G. S.
Taylor, C. G., Bestimmung von Zinkoxyd in Zinkstaub 444
Telep, G., und D. F. Boltz, Bestimmung von Cer 155
Tenenbaum, I. M., siehe Posik, L. N.
Teodorovič, I. L., und M. K. Abramov, Amperometrische Titration von Mangan(II) mit Natriumhexacyanoferrat(II) 73
Terentev, A. P., S. I. Obtemperanskaja und M. M. Buzlanova, Potentiometrische Bestimmung von Acrylnitril 225
Terres, E., K. Esser und C. Schott, Zerlegung der Fraktionen eines deutschen Erdöls und Identifizierung ihrer Bestandteile 376
Terry, M. L., siehe Jones, H. S.
Tevebaugh, R. D., siehe Warf, J. C.
Tewari, S. N., und D. N. Tripathi, Paper Chromatographic Identification of Barbiturates in Toxicological Analysis 86 [Or]
Thompson, C. J., siehe Coleman, H. J.
Thompson, J. H., siehe Belcher, R.
Thorn, N. A., siehe Dole, V. P.
Thun, R., R. Herrmann und E. Knickmann, Calciumbestimmung im Bodenauszug 459
Timnick, A., siehe Johnson, A. H.
Tolmačev, V. N., und O. M. Kiržner, Murexid als Reagens für die photometrische Bestimmung von Zink 200
Tompsett, S. L., Bestimmung von Formaldehyd und Acetaldehyd 223
Tourtellotte, W. W., J. A. Parker, R. E. Alving und R. N. de Jong, Bestimmung der Gesamtproteine in der Cerebrospinalflüssigkeit 390
Tranchant, J., siehe Marvillet, L.
Trantham, H. V., siehe Cotlove, E.
Trinder, P., Bestimmung von Serumeisen und der Eisenbindungskapazität 387
Tripathi, D. N., siehe Tewari, S. N.
Tripathi, K. K., und D. Banerjea, Nicotinamidoxime as an Analytical Reagent. Part I. Spectrophotometric Determination of Uranium with Nicotinamidoxime 326 [Or]. — Nicotinamidoxime as an Analytical Reagent. Part II. Spectrophotometric Determination of Cobalt with Nicotinamidoxime 407 [Or]
Trocenko, M. A., und V. P. Vendt, Bestimmung phosphororganischer Insecticide in der Luft 133
Trofimenko, S., und J. W. Sease, Nachweis für Nitrile und Amide 224
Tschamler, H., siehe Ruland, W.
Tsuji, K., und Hr. Ikeda, Bestimmung von Dehydrodesoxystreptomycin 306
Tuckerman, M. M., R. A. Osteryoung und F. C. Nachod, Trennung der Aminosäuren Phenylalanin und Tyrosin 310
Tyrol jr., A. G., siehe Rafferty, N. S.

Udal'cova, N. I., siehe Prževal'skij, Je. S.
Ueno, K., siehe Danzuka, T.
Umland, F., und W. Hoffmann, Über die Verteilung von Metall-8-hydroxychinolinverbindungen zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln. V. Oxinate vom Zink, Cadmium und Quecksilber und ihre Koordinationsverbindungen mit Alkoholen und Aminen 268 [Or]
Unice, R. C., siehe Grabowski, R. J.
Upor, E., L. Fekete und Gy. Nagy, Bestimmung des Urangehaltes von Gesteinen 453
Ušakova, A. M., Bestimmung kleiner Uranmengen in Kalisalzen nach dem Fluorescenzverfahren 458
Ušakova, N. I., siehe Borovik, S. A.
Usatenko, Ju. I., und M. A. Vitkina, Amperometrische Bestimmung von Eisen mit ÄDTA 208

Vacek, J., siehe Staněk, J.
Vanag, G. Ja., und M. A. Mackanova, Reaktionen von 2-Nitroindandion-1,3 mit Indolen und Carbazol 289
Večeřa, M., siehe Gasparič, J.
Vendt, V. P., und T. A. Lebedeva, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in der Luft 131. — siehe auch Trocenko, M. A.
Vertalier und Martin, Bestimmung von Alkoxylgruppen 435
Veselago, L. I., Bestimmung von Titan in Schlacken, die zweiwertiges Eisen enthalten 460
Vetešník, P., und S. Havel, Bestimmung von Nitroäthan und Hydroxylamin nebeneinander 284
Vetsch, U., und H. Lüthi, Zweidimensionale Papierchromatographie 40
Vigne, J., und S. Lissitzky, Kontinuierliche automatische Registrierung der Radioaktivität auf Papierchromatogrammen 42
Vinecour, J., siehe Hollander, V. P.
Vishnu, siehe Ramaiah, N. A.

Vitek, R. K., siehe Lott, P. F.
Vitkina, M. A., siehe Usatenko, Ju. I.
Voinovitch, I. A., Bestimmung von Kieselsäure in natürlichen Silicaten wie Feldspäten, Kaolin, Ton, Chamotteerden 454
Voorhies, J. D., und R. N. Adams, Bestimmung von Sulfapyridin, Sulfaisoamidin und Sulfadiazin 304
Voskresenskaja, N. T., Colorimetrische Thalliumbestimmung in Gesteinen und Erzen 149
Voss, E., siehe Schulz, M. E.
Vuilleumier, M., und L. Anker, Bestimmung verschiedener Antibiotica 305
Vydra, F., siehe Körbl, J.

Wadsworth, L. H., siehe Jackson, R. C.
Walton, J. H., siehe Rosenbaum, C. K.
Ward, C. C., siehe Coleman, H. J.
Warf, J. C., W. D. Cline und R. D. Tevebaugh, Pyrohydrolyse von Fluoriden 60
Warren, G. W., siehe Bertram, F. W.
Watts, H. L., Volumetrische Bestimmung von Aluminium 201
Weaver, R. H., siehe Herbst, E. J.
Weberling, R., siehe Bastian, R.
Weiner, R., und P. Boriss, Zur maßanalytischen Bestimmung von Wolfram und Uran 195 [Or]
Weiss, D., Polarographische Bestimmung von Antimon 367. — Polarographische Bestimmung von Zinn neben Blei in Erzen 374. — von Blei in Erzen 375
Weisz, H., Ringofenmethode 63
Wells, R. A., siehe Rees-Evans, D. B.
Wendlandt, W. W., Löslichkeit und thermische Stabilität der Tetraphenyloborate von Aminen 283
Wendlandt, W. W., und R. Dunham, Schmelzpunkte der Tetraphenyloborate von Aminen 284
Wenger, P.-E., D. Monnier und I. Kapétanidis, Untersuchung der Diaminoglyoximkomplexe von Nickel 372
Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.
Werner, H., Serienbestimmung von Bor in Sedimentgesteinen 266 [Or]. — Siehe auch Kahovec, J.
West, Ph. W., und L. Granatelli, Mikrokristallreaktionen in Schmelzen 126
West, T. S., siehe Belcher, R.
White, J. C., siehe Susano, C. D.
Whitehurst, D. H., und J. B. Johnson, Bestimmung einfacher aliphatischer Nitrile 224
Whitford, E. L., Bestimmung von Essigsäureanhydrid 229
Wiewiórowski, M., J. Przybylska und Z. Kocialkowski, Colorimetrische Bestimmung von Aminosäuren mit Ninhydrin 389
Wiggers, B. G., siehe Maurice, M. J.
Wilkinson, N. T., siehe Fogg, D. N.
Willems, J. J. L., siehe Reith, J. F.
Wilson, H. N., Bestimmung von Kieselsäure 454
Wolf, G., Bestimmung von Insulin 320
Wolfson, W. Q., siehe Cohn, C. F.
Wollast, R., siehe Cyprès, R.
Wood, D. F., und R. T. Clark, Photometrische Bestimmung von Wolfram in Titan, Zirkonium und ihren Legierungen 301
Wood, J. C. S., C. C. Martin und M. R. Lipkin, Bestimmung von gesättigten Kohlenwasserstoffen in aromatischen Kohlenwasserstoffen 217
Woodhead, J., siehe Phillips, G.
Wünsch, A., siehe Hofmann, E.

Xavier, J., und P. Rây, Bestimmung von Kobalt, Nickel, Palladium, Silber und Ruthenium 75

Yamamoto, Y., siehe Ishibashi, M.
Yanagihara, T., N. Matano und A. Kawase, Farbreaktionen von 2-(2-Hydroxy-5-methoxyphenylazo)-4-methylthiazol mit verschiedenen Metallionen 359. — Colorimetrische Bestimmung von Kupfer mit 2-(2-Hydroxy-5-methoxyphenylazo)-4-methylthiazol 360
Yarden, A., und Ch. Eger, Bestimmung von Alkylphosphiten 220
Yasumori, Y., Registrierpolarograph mit Synchronisation auf den Tropfenfall 46
Yoe, J. H., und R. M. Rush, Bestimmung von Zink mit Zincon 239
Yokoyama, F., und L. G. Chatten, Nichtwäßrige Titration der Basen und Hydrochloride der Tetracyclin-Antibiotica in pharmazeutischen Zubereitungen 305
Yoshimori, T., siehe Inuma, H.
Yoshimura, C., und M. Kiboku, Günstige p_H-Bereiche, in denen die Metalle der Eisen- und Titangruppe vollständig gefällt und voneinander getrennt werden 52. — Siehe auch Kiboku, M.

Young, I. G., siehe Hiskey, C. F.
Yuan, T. L., und J. G. A. Fiskell, Bestimmung von Zink in Pflanzenaufschlüssen 238, 239
Yuen, S. H., Spurenbestimmung von Mangan mit Leukomalachitgrün 371
Yukawa, K., siehe Fukushima, S.

Zaffaroni, A., und R. B. Burton, Chromatographische Technik 316
Zahn, H., siehe Spoor, H.
Zaikovskij, F. V., und L. I. Gerchardt, Trennung des Thoriums von Titan, Zirkonium und anderen Begleitelementen 364
Zak, B., W. H. Hindman und M. Fisher, Bestimmung von Magnesium 307
Zak, B., und T. L. Jarkowski, Elektrophoretische Trennung von Hämoglobinen und Serumproteinen 313
Zaugg, H. E., und F. C. Garven, Bestimmung von Diäthylmalonat neben substituierten Malonsäureestern und von Diäthylmonoalkylmalonaten 231
Zavarichina, G. B., siehe Lukin, A. M.
Zavarov, G. V., Bestimmung des aktiven Chlors in Chlorkalk 155
Zechmeister, L., und M. Rohdewald, Nachweis von Enzymen 399. — Siehe auch Rohdewald, M.
Ziegler, M., Die Fällung komplexer Ionen der Übergangsmetalle mit wasserlöslichen Kunststoffen 29 [Or]
Ziegler, M., O. Glemser und A. v. Baeckmann, Photometrische Titanbestimmung in Stählen. Leichtmetallen, Gesteinen und Gläsern 145
Ziffer, H., siehe Klemm, L. H.
Zimmermann, W., Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 434. — Apparatur zur Sauerstoffbestimmung in organischen Verbindungen 213
Zjuskin, N. M., Anwendung der Fluorescenz in der Chromatographie 41
Zvereva, M. N., Trennung des Zinks von Kationen anderer analytischer. Gruppen 58

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Ablagerungen, Nachweis organischer Stoffe in marinen Ablagerungen 151
Abwasser, Bestimmung von Phosphor 297; des Sauerstoffverbrauches in petrochemischen Abwässern 134; von p-Kresol in Industrieabwässern 443; siehe auch Wasser
Acetaldehyd, Bestimmung 223; kleiner Mengen 223; Bestimmung in Mischungen 222
1-Acetamino-8-hydroxy-7-(1-azo-2,3,5-trichlor-6-hydroxy-benzol)-naphthalin-4-sulfonsäure, Na-Salz als Indicator bei der Magnesiumbestimmung 129
Aceton, Bestimmung in Wasser 182
2-Acetoxyfluoren, Bestimmung in der Luft 132
Acetylen, gaschromatographische Bestimmung 355
Acetylierungsgrad, Bestimmung 228
N-Acetylneuraminsäure, Bestimmung 398
N-Acetylsialinsäure, Bestimmung 398
O-Acetylverbindungen, Nachweis 126
Acrylnitril, Bestimmung 225; in Industriewaren, Nahrungsmitteln, Luft und biologischem Material 381
Adrenalin, Bestimmung 313; in wäßrigen Lösungen 314; in Ratten- und Menschenurin 314
Adsorbentien, komplexbildende Adsorbentien in der Chromatographie 40
Adsorptionsindicatoren, Mechanismus und Wirkungsweise 128
ÄDTA-Titrationen, Verwendung von Eriochromschwarz A als Indicator 128; von Fluoresceinkomplexon, Calcein und Fluorexon 50, 51; siehe auch Äthylendiamintetraessigsäure
Äpfelsäuredehydrase, Bestimmung in biologischem Material 399
Äthan, gaschromatographische Bestimmung 355
Äthan-Äthylenfraktion, Bestimmung von Propylen 234
Äthanol, Bestimmung von Propylen in den Äthylen- und in den Äthan-Äthylenfraktionen bei der Äthanolfabrikation 234

Äthanollignin, Untersuchung 436
2-Äthoxyfluoren, Bestimmung in der Luft 132
Äthoxygruppen, Bestimmung von Alkoholen und Phenolen in siliciumorganischen Verbindungen, die Äthoxygruppen enthalten 382
Äthylamin, Abtrennung 219; Einfluß auf Extraktion von Zinkoxinat 271
2-Äthylanthrachinonderivate, polarographische Bestimmung 288
Äthylbenzol, Bestimmung in Gemischen 285
Äthylcaprinat, Bestimmung in Weinhefeöl 79
Äthylcaprylat, Bestimmung in Weinhefeöl 79
9-Äthylcarbazol, Bestimmung in der Luft 132
Äthylen, gaschromatographische Bestimmung 355
Äthylen-Äthanfraktion, Bestimmung von Propylen 234
Äthylendiamin, Abtrennung 219
Äthylendiamintetraessigsäure zur Bestimmung von Phosphat 106; von Eisen 208
Äthylenfraktion, Bestimmung von Propylen 234
Äthylester von N-Carbonsäuren, R_f-Werte 228
Äthyllaurat, Bestimmung in Weinhefeöl 79
N-Äthylmaleinimid, Reaktion mit Sulfhydrylgruppen 217, 218
Äthylmyristat, Bestimmung in Weinhefeöl 79
Äthylpalmitat, Bestimmung in Weinhefeöl 79
m-Äthylphenoxyessigsäure zur Bestimmung von Zirkonium 343
Äthylstearat, Bestimmung in Weinhefeöl 79
Äthyltrichlorsilan, Bestimmung 221
N-Äthylverbindungen, Nachweis 126
Ätiocholanol-(3α)-on-(17), Bestimmung 318
Ätzalkalien, Bestimmung von Natriumsalzen, Chrom und Eisen 461
Agha-Jari-Rohöl, Untersuchung durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie 377
Alanin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122
Albinoratten, Bestimmung von Enzymen von verschiedenen Organteilen 399
Albumine, Nachweis und quantitative Veränderungen von Präalbuminen 391
Aldehyde, Farbreaktion 217
Aldolasedehydrase, Bestimmung in biologischem Material 399
Alizarinblau S zur Bestimmung von Zirkonium 67
Alkalien, Bestimmung im Schwefel 94
Alkali-Pyridinreaktion zur Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff 131
Alkohole, Reaktionen mit fuchsinschwefliger Säure 217; Bestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 382
Alkoxylgruppen, quantitative Bestimmung und Trennung 435
Alkyl-Arylsulfide, Identifizierung 439
Alkylhydroperoxyde, Bestimmung 436
Alkylphosphite, Bestimmung 220
Allen, gaschromatographische Bestimmung 355
Allylsenföl, Farbreaktion 216
Alodan-Rückstände, Bestimmung in Getreide 401
Aluminium, Nachweis 125; coulometrische Bestimmung bei Chelatisierung mit Oxin 59; polarographische Bestimmung 48, 60; Bestimmung in Gegenwart von Metallverunreinigungen 201; von Vanadium und Titan 372; Abtrennung von Zink 58; von Zirkonium 345; Bestimmung in Beryllium 136; in Zinn 301; im Schwefel 99; in Tellur 447; in aluminothermisch dargestelltem Chrom 143; in Eisen-Aluminiumbronzen 445; in Platin und Palladium 452; im Glas 154; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; auf die Phosphatbestimmung 108; Bestimmung von Kupfer 101; von Kupfer neben Aluminium 54; von Kupfer und Eisen nebeneinander 451; von Bor 363
Aluminium-Eisenbronzen, Bestimmung von Fe und Al 445
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Kupfer 144; von Magnesium 361, 444; von Zink 299
Aluminiumoxyd, Bestimmung 150
Aluminiumreiche Gläser, Bestimmung von Natrium 153
Aluminiumsalze, Bestimmung von Kupfer und Eisen nebeneinander 451
Aluminiumsulfat, Bestimmung von SO_3 264
Aluminium-Uran-Brennstoffelemente, Untersuchung auf Bor 363
Amalgame bei der komplexometrischen Titration von Metallen und organischen Verbindungen 127
Amalgammethode, Trennung von Zink und Kobalt 209

Amblygonit, Bestimmung von Lithium 148
Ameisensäure, zur Bestimmung von Aminosäuregemischen 294; Nachweis 226
Amide, Nachweis 224; Bestimmung von sekundären Amiden 190
Amidopyrin, Titration 291
Amine, Schmelzpunkte der Tetraphenyloborate 284; thermische Stabilität und Löslichkeit von Tetraphenyloboraten 283; Bestimmung von sekundären Aminen 190, 218; Trennung von primären, sekundären und tertiären Aminen 219; Bestimmung in der Luft 296
p-Aminoacetanilid, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Aminoanthrachinon, papierchromatographische Trennung von 1- und 2-Aminoanthrachinon 35
N-(4-Aminobutyl)-1,4-butandiamin, Abtrennung 219
Aminogruppen, Bestimmung primärer, sekundärer und tertiärer Aminogruppen nebeneinander 437
N-(3-Aminopropyl)-1,4-butandiamin, Abtrennung 219
N,N′-(3-Aminopropyl)-1,4-butandiamin, Abtrennung 219
N-(3-Aminopropyl)-1,3-propandiamin, Abtrennung 219
Aminosäuregemische, Nachweis in Nahrungsmittelproteinen 294
Aminosäuren, Nachweis schwefelhaltiger Aminosäuren 311; colorimetrische Bestimmung mit Ninhydrin 389; papierchromatographische Trennung 310; Bestimmung in marinen Ablagerungen 152; Nachweis in proteinfreiem Serum oder Serumhydrolysaten 312
Ammoniak, Bestimmung in Harnsteinen 396
Ammonium, maßanalytische Bestimmung 198
Amperometrie, Prüfung von Quecksilber für amperometrische Zwecke 47
Amylamin, Abtrennung 219
Amylase, Nachweis 399
Analyse, Schema einer qualitativen Analyse des unlöslichen Rückstandes 124; Anfänge der anorganischen quantitativen Analyse 125; quantitative organische Mikroanalyse 433; Anwendung von Ionenaustauschern 358; organischer Reagentien in der anorganischen Analyse 418; von Natriumhydrogendiglykolat als Puffersubstanz 52; von Enzymen 399
Analysenmethoden, Genauigkeit 335
Androsteron, Bestimmung 318
Anethol, Farbreaktion 216
Anhydrochlortetracyclin, Bestimmung 306
Anhydrotetracyclin, Bestimmung 306
Anilide aliphatischer Carbonsäuren, Nachweis 125
Anilin, Eigenschaften und Farbreaktionen 419
1-Anilinonaphthalin, Bestimmung in der Luft 132
Anilinpunkt, Bestimmung in Erdölproben 376
Anionbasen (anionic bases), Basizität in Essigsäureanhydrid 219
Anisidine, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Anorganische Verbindungen, Bestimmung der Solvatationszahlen 340; Abtrennung des Fluors 206
Anthracen, Nachweis in Tabakrauch 385
Antibiotica, Wertbestimmung 305
Antimon, Fällung als komplexes Ion 29; Nachweis 124; Bestimmung 55; polarographische Bestimmung 367; Mikrobestimmung mit Malachitgrün, Fuchsin oder Methylviolett 68; Bestimmung in Zinn 301; in Blei 301; in Tellur 447; in Ferrowolfram 451; Bestimmung von Silicium 141
Antimon(III), Bestimmung 129
Antimon-Mikroelektrode, Verhalten 49; Verwendung der Levin-Antimon-Elektrode 50
Antimon-Tartratkomplex, Dissoziationskonstante und Zusammensetzung 204
Arachinsäure, Bestimmung 225
Arbutin, Nachweis 232
Arginin, Abtrennung 122
L-Arginin, R_f-Wert 310
Aromaten, Bestimmung in Erdölproben 376; in Benzin 378
Aromatgrößenverteilung, Bestimmung in einem Vitrit und seinen Extraktionsprodukten 375
Aromatische Kohlenwasserstoffe, Bestimmung von gesättigten Kohlenwasserstoffen 217
Arsen, colorimetrischer Nachweis 68; bromatometrische Titration 50; Bestimmung in Zinn 301; in Blei 301; in Wismut 301; in Tellur 447; in Ferrowolfram 451; Bestimmung von Kupfer neben As 54

Arsen(III), zur Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 112
Arsenazo zur Bestimmung verschiedener Elemente 359
Arsenige Säure, cerimetrische Bestimmung 175
Arylalkylsulfid, Identifizierung 439
N-Arylchinocyanin-Farbstoffe zum Nachweis von Magnesium 199
Ascorbinsäure zur potentiometrischen Titration von Gold 55
Asparagin, Abtrennung 122
L-Asparagin, R_f-Wert 310
L-Asparaginsäure, R_f-Wert 310
Asphalt, Bestimmung in Erdölproben 376
Atropin, Titration 291
Aureomycinsäure, Bestimmung 306
Automatenstahl, Bestimmung von Blei 449
Azoderivate der Chromotropsäure, analytische Verwendung 347
Azotometergas, Untersuchung des Gases bei der Stickstoffbestimmung nach Dumas 425
Azoverbindungen, Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 212
Azoviolett zur Bestimmung von Benztriazolen 289

Bacitracin, Wertbestimmung 305
Barbiturate, Sichtbarmachung bei der Papierchromatographie 304; chromatographische Identifizierung in der Toxikologie 86
Barbitursäure, Umsetzung mit Isonicotinsäure 290
Barium, Farbreaktion 169; Bestimmung 57, 233, 362; Abtrennung 57; von Zink 58; von Zirkonium 345; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Bariumacetat, zur Titration von Schwefelsäure mit durchlässigen Membranelektroden 43
Bariumchlorid zur Titration von Schwefelsäure mit durchlässigen Membranelektroden 43; Bestimmung von Wasser 127
Bathophenanthrolin, zur Bestimmung von Eisen im Serum 387
Bauxit, Bestimmung von Aluminium 201
Behensäure, Bestimmung 225
Beizen für Eisen und Stahl, Bestimmung von Natriumsalzen, Chrom und Eisen 461
Benzidin, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Benzin, Bestimmung in Erdöl 376; Bestimmung von Benzol 378
Benzaldehyd, Bestimmung in der Luft 132
1,2-Benzanthracen, Nachweis in Tabakrauch 385
Benzocain, Titration 291
Benzol, Bestimmung in technischen Benzinen 378
Benzoldicarbonsäuren, chromatographische Trennung 287
Benzolmonocarbonsäure, chromatographische Abtrennung 287
Benzolphosphinigsäure zur Bestimmung von Eisen 371
Benzoperylen, Bestimmung in der Luft 132
Benzophenon, zur Durchführung von Mikrokristallreaktionen 126
Benzpyren, Bestimmung in der Luft 132; Nachweis und Bestimmung in Tabak und Tabakrauch 385
Benztriazole, Bestimmung 289
2-Benzylthiofluoren, Bestimmung in der Luft 132
Berichtigung 400
Beryllium, spektralanalytische Untersuchung 136; Bestimmung 66; Abtrennung von Zirkonium 345
Besenginster, Bestimmung von Spartein 160
Bilirubin, Bestimmung des fällbaren Bilirubins im Serum 394
Bilirubin-Eiweißgemische, Absorptionsspektren 320
Biochemie, Verwendung von Natriumhydrogendiglykolat als Puffersubstanz 52
Biologisches Material, Bestimmung von Chlorid 308; von Acrylnitril 381; von Isoniazid 290; von Sialinsäuren 397
Bismuthiol I zur spektrophotometrischen Bestimmung von Palladium 210
Bithionol, Bestimmung in flüssigen Seifen, Emulsionen und Stäubemitteln 383
Blei, Farbreaktion 169, 359, 421; Nachweis 126; Bestimmung 55, 66, 150; polarographische Bestimmung 48; chelatometrische Titration 128; Abtrennung von Uran 63; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in Tellur 447; in Automatenstahl 449; in Erzen 375; Untersuchung der isotopischen Zusammensetzung in Manganknollen 457; Untersuchung auf Fremdmetalle 300; Bestimmung von Zinn neben Blei in Erzen 374
Bleicherden, Bestimmung von Wasser 375

Bleichlorofluorid zur Bestimmung von Fluorid 71
Bleilegierungen, Bestimmung von Kupfer 144
Blut, Bestimmung von Thiolgruppen 218; von Histamin 395; Identifizierung von Meprobamat 397; von Prothrombin 393; Bestimmung der Thrombokinase bei der Blutprothrombinbestimmung 393
Blutfarbstoffabbauprodukte, Bestimmung in Brauch- und Trinkwasser 297
Blutkörperchen, Bestimmung von Magnesium in roten Blutkörperchen 307
Blutserum, papierelektrophoretische Analyse 312; Bestimmung von Gesamtjod 308; Trennung der Gesamtlipoide 315; Bestimmung von verschiedenen Enzymen 399.
Boden, Bestimmung von Vanadium 158
Bodenauszug, Bestimmung von Calcium 459; von Eisen im salzsauren Bodenauszug 459
Bor, Bestimmung 69, 233; kleiner Mengen 59; Mikrobestimmung 362; Bestimmung neben Uran und Aluminium 363; in Beryllium 136; in Boriden 363; in Silicium mit Curcumin 140; in Nickel 147; in Erzen und Mineralien 59; in Sedimentgesteinen 266; in Schmierölen 378; im Pflanzenmaterial 464
Borcarbidhaltiges Aluminium, Bestimmung von Bor 363
Borfluorborat-Kupfer-Elektrolyten, Analyse 463
Boride, Bestimmung von elementarem Bor 363
Borsäure, Bestimmung mit H-Resorcin 200
Brassidinsäure, Bestimmung 441
Brauchwasser, Bestimmung von Urochromen 297
Braunkohlenbitumenstoffe, Bestimmung der Säure-, Ester- und Jodzahl 235
Brennstoffe, Bestimmung von Wasser in festen Brennstoffen 375; von Phosphor in festen Brennstoffen 234
Brenzcatechin, Nachweis 232
Brenztraubensäure, Bestimmung 231
Brillantgrün zur Bestimmung von Thallium in Gesteinen und Erzen 149
Brom, Titration mit Silber 128
Bromäthan, gaschromatographische Bestimmung 120
Bromat, coulometrische Bestimmung 72
Bromationen, hydrazinometrische Bestimmung 370
Bromid, Bestimmung in kleinsten Serummengen 308; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; Bestimmung von Jodid neben Bromid 207
Bromphenolblau, Abtrennung 356
Bromzahl, Bestimmung in Erdölproben 376
Bronzen, Bestimmung von Fe und Al in Eisen-Aluminiumbronzen 445
Büretten, Füllvorrichtung für Mikrobüretten 52
Butadien, gaschromatographische Bestimmung 355
Butan, gaschromatographische Bestimmung 355
1,4-Butandiamin, Abtrennung 219
Butan-2,3-dion, Nachweis in Zigarettenrauch 385
Butanol, Bestimmung des Acetylierungsgrades 229
2-Butanthiol, Bestimmung im Öl 377
Butter, infrarotspektroskopische Untersuchung 80; Bestimmung der Wasserverteilung 293
Buttersäure, Bestimmung 225
Butylamin, Abtrennung 219; Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271;
Butylene, gaschromatographische Bestimmung 355
Butyrylchlorid, zur Wasserbestimmung 126

Cadaverin, Abtrennung 219
Cadmium, Verteilung der Oxinate zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268; Farbreaktion 169, 359; spektralphotometrische Mikrobestimmung 200; potentiometrische Titration 54; Untersuchung durch Wechselstrompolarographie 46; theoretische Zusammenhänge bei der voltammetrischen Analyse 48; chelatometrische Titration 128; Bestimmung in Indium- und Thalliummetall 138; in Blei 301; Bestimmung von Kupfer neben Cadmium 54
Cadmiumchlorid, Bestimmung 47
Cadmiumoxinat, Verteilung zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268
Cadmiumsulfid, Fällung mit Thioacetamid 58
Caesium, maßanalytische Bestimmung 198; Abtrennung 54
Calcein, Verwendung bei ÄDTA-Titrationen 50, 51
Calcium, Farbreaktion 169; Bestimmung mit Metomega-Chromblau BBL

als Indicator 165, 170; Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Titration, Berichtigung 400; Bestimmung neben Magnesium 56; Abtrennung 57; von Zink 58; von Zirkonium 345; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in Platin und Palladium 452; in Zuckersäften 78; in Hochofenschlacken 152; in einem salzsauren Bodenauszug 459, in konzentrierten Lösungen von Natriumchlorid 461; im Pflanzenmaterial 464; in Harnsteinen 397; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 201; auf die Thoriumbestimmung 351; auf die Phosphatbestimmung 108
Calciumfluorid, Analytik 161
Calciumoxyd, Bestimmung 150
Caprinsäure, Bestimmung 225, 441
Caprolactam, Nachweis 284
Capronsäure, Bestimmung 225
Caprylsäure, Bestimmung 225
Carbazol, Reaktion von 2-Nitroindandion-1,3 289
Carbonsäureester, Nachweis chromatographisch getrennter Carbonsäureester 227
Carbonsäuren, Trennung aromatischer Mono- und Dicarbonsäuren 287; Nachweis von Aniliden aliphatischer Carbonsäuren 125
N-Carbonsäuren, R_f-Werte der Äthylester von N-Carbonsäuren 228
Carbonylverbindungen, Bestimmung gesättigter aliphatischer Carbonylverbindungen in Gemischen 221
Cardenolidverbindungen, Bestimmung 319
Carnotit, Analyse auf Barium und Uran 57
Caseinhydrolysate, Trennung von Phenylalanin und Tyrosin 310
Cellosolve, Einflüsse in Karl-Fischer-Lösungen 332
Cellulose, Bestimmung des Acetylierungsgrades 229; Bestimmung von Zucker in Hydrolysaten von gebleichter und ungebleichter Holzcellulose 379
Cer, Nachweis 125; Bestimmung in Präparaten von Lanthan, Neodym und Praseodym 155; Abtrennung von Zirkonium 345; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Cer(III), Farbreaktion 169; Bestimmung von Mikromengen 364
Cer(IV), Farbreaktion 421
Cerebroside, Bestimmung in Plasma 388
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung der Gesamtproteine 390; Bestimmung der Proteinfraktion 391
Cer(III)-fluorid, Bestimmung von Fluor 60
Cer(IV)-perchlorat für Titrationen mit Triphenylmethanverbindungen als Redoxindicatoren 172
Chamotteerden, Bestimmung von Kieselsäure 454
Chaulmoograsäure, Bestimmung 441
Chelatometrie, Verwendung von Eriochromschwarz A als Indicator 128; Verwendung von Fluoresceinkomplexon, Calcein und Fluorexon 50/51
Chinaldinsäure zur Bestimmung von Palladium 373
Chininsäure, Bestimmung in Tabak 386
Chlor, Titration mit Silber 128; Bestimmung im Schwefel 94, 99; des aktiven Chlors in Chlorkalk 155; Bestimmung in perchlorierten Verbindungen 435
Chloräthan, gaschromatographische Bestimmung 120
Chloramin T, Eignung als titrimetrisches Standardreagens 129; zur Bestimmung von Pyridin und seinen Derivaten 289; Umsetzung mit Isonicotinsäure 290
Chloraniline, Eigenschaften und Farbreaktionen 419
Chlorbenzotrifluoride, Bestimmung 440
Chlordioxyd, Analyse 370
Chlorella, Bestimmung der gesamten Kohlenhydrate beim Wachstum 238
Chlorid, Bestimmung neben Jodid 72; Bestimmung in biologischem Material 308; Einfluß auf die Phosphatbestimmung 107; Bestimmung von Jodid neben Clorid 207
Chlorit, Bestimmung neben Hypochlorit 206
Chlorite, Analyse 370
Chlorkalk, Bestimmung von aktivem Chlor 155
Chloroform, Bestimmung in der Luft 131
Chlorophyll, Bestimmung in marinen Ablagerungen 152
Chlorsilane, Bestimmung organischer Chlorsilane 221
Chlortetracyclin, Wertbestimmung 305; Bestimmung 306
Cholesterin, Bestimmung in Teigwaren 79
Cholsäurederivate, Untersuchung 318
Chrom, Nachweis 125; Bestimmung 150; colorimetrische Bestimmung 368; Bestimmung mit Diphenylcarbazid 156;

Abtrennung von Zink 58; von Zirkonium 345; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in Gußeisen 448; Schnellbestimmung in Beizen für Eisen und Stahl 461; Bestimmung von Kupfer 101; von Si, Al und Fe in aluminothermisch dargestelltem Chrom 143; von Ni, Co und Cu 359
Chromchlorid, Bestimmung 47
Chromhaltige Stähle, Bestimmung von Mangan 147
Chromnickelstähle, Bestimmung von Kohlenstoff 145
Chromotropsäure, analytische Verwendung von Azoderivaten 347
Chromoxyd als Katalysator bei der Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in der Luft 131
Chromsulfat, papierchromatographische Bestimmung durch Fluorescenz 41
Chrysen, Nachweis in Tabakrauch 385
Cinchonaalkaloide, Farbreaktion 216
Cinnamylchlorid, zur Wasserbestimmung 126
Citral, Farbreaktion, 215, 216
Citrin, Bestimmung von Hesperidin und Eriodictin 159
Citronellal, Farbreaktion 216
Citronellol, Farbreaktion 215, 216
Coffein, Titration 291
Coffeinfreier Kaffee, Bestimmung von Extraktionsmittelrückständen 295
Convallaria majalis, Auftrennung der Herzglykoside 122
Corticosteron, Absorptions- und Fluorescenzspektrum 317
Cortison, Fluorescenz- und Absorptionsspektrum 317; Bestimmung 316
Coulometrie, Apparatur zur fortlaufenden automatischen Konzentrationsanzeige 45
Curcumin, zur Bestimmung von Bor und Silicium 140
Cyanamid, Nachweis 230
Cyanid zur Bestimmung von Pyridin und seinen Derivaten 289; Nachweis und colorimetrische Bestimmung mit Tris(1,10-phenanthrolin)-eisen(II)-ion 65
Cyanoferrat(III) siehe Hexacyanoferrat(III)
Cyclohexanol, Bestimmung neben Cyclohexanon 441
Cyclohexanon, Bestimmung neben Cyclohexanol 441; neben anderen Ketonen 288; Bestimmung des Isooxims 284
Cyclohexen, Farbreaktion 216
Cyclotrimethylentrinitramin, Bestimmung 384
Cystein, Nachweis 311; Bestimmung 312; Abtrennung 122; Bestimmung in der Wolle 237
Cystin, Nachweis 311; Bestimmung 312; Abtrennung 122; Bestimmung in der Wolle 237

Dämpfe, Analyse von flüchtigen 2-Komponentenmischungen durch Wärmeleitfähigkeitsmessungen an ihren Dämpfen 120
Dampferhitzer, Bestimmung von Schwefelsäure in Ablagerungen 153
Dampfkessel, Bestimmung von Schwefelsäure in Ablagerungen 153
Dead-stop-Methode, theoretische Zusammenhänge für die Form der Titrationskurven 44
Dehydracetsäure, Bestimmung 233
Dehydroepiandrosteron, Bestimmung 318; Bestimmung im Harn 392
Desacetyldigilanid A und B, Bestimmung in Digitalis purpurea-Glykosiden 160
Desdimethylaminoaureomycinsäure, Bestimmung 306
Diacetylen, gaschromatographische Bestimmung 355
Diacylperoxyd, Bestimmung 436
4,4′-Diäthoxy-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Diäthyldichlorsilan, Bestimmung 221
4,4′-Diäthyl-2,2′Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Diäthylentriamin, Abtrennung 219
Diäthylmalonat, Bestimmung in Gegenwart anderer Malonsäureester 231
Diäthylmonoalkylmalonate, Bestimmung neben disubstituierten Malonestern 231
Diäthylphthalat, Bestimmung in Treibmitteln 240
Dialkylperoxyde, Bestimmung 436; Bestimmung von Hydroperoxyden neben Dialkylperoxyden in ungesättigten Fettsäuren 436
Diamine, Abtrennung 219
3,3′-Diaminobenzidin zur Bestimmung von Selenspuren in Schwefelsäure 157
Diaminoglyoximkomplexe des Nickels, Untersuchung 372
Diarylsulfide, Bestimmung von Petroleumölen 236
1,2,5,6-Dibenzanthracen, Nachweis in Tabakrauch 385

Dibenzofuran, Bestimmung in der Luft 132
Dibenzothiophen, Bestimmung in der Luft 132
4,4′-Dibrom-2,2′Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Dibutylamin, Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
Dibutylphthalat, Bestimmung in Treibmitteln 240
4,4′-Dicarbamid-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Dicarbonsäuren, Trennung aromatischer Mono- und Dicarbonsäuren 287
4,4′-Dicarboxyl-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
2,2′-Dichinolyl zur Bestimmung von Kupfer in verschiedenen technischen Produkten 101
1,1-Dichloräthan, gaschromatographische Bestimmung 120
Dichloraniline, Eigenschaften und Farbreaktionen 419
4,4′-Dichlor-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Dichte, Bestimmung in Erdölproben 376
Dicyandiamid, Nachweis 230
4,4′-Diformyläthylester von 2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Digitalis purpurea-Glykoside, Bestimmung von verschiedenen Glykosiden 160
Digitanolverbindungen, Bestimmung 319
Digitoxin, Bestimmung in Digitalis purpurea-Glykosiden 160
Dihydrochaulmoograsäure, Bestimmung 441
Dihydrodesoxystreptomycin, Bestimmung 305, 306
2,2′-Dihydroxy-3,3′, 5,5′, 6,6′-hexachlorodiphenylmethan, Bestimmung in flüssigen Seifen, Emulsionen und Stäubemitteln 383
D,L-Dihydroxyphenylalanin, R_f-Wert 310
1,ω-Dihydroxypolyäthylenoxyde, Bestimmung 233
Diisopropylamin, Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
2,5-Dimercapto-1,3,4-thiodiazol zur Bestimmung von Palladium 210
4,4′-Dimethoxy-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
4,4′-Dimethyläthylderivat von 2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Dimethylamin, Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
9,10-Dimethyl-1,2-benzanthracen, Nachweis in Tabakrauch 385
Dimethylbutane, gaschromatographische Bestimmung 120
Dimethyldichlorsilan, Bestimmung 221
4,4′-Dimethyl-2,2′-dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-komplexen 73
Dimethylglyoxim, zur Durchführung von Mikrokristallreaktionen 126; zur Bestimmung von Nickel 241; von Palladium 373
Dimethylindol, Reaktion mit 2-Nitroindandion-1,3 289
Dimethylisophthalat, Bestimmung neben Dimethylterephthalat 287
2,2-Dimethyl-1-propanthiol, Identifizierung 377
Dimethylterephthalat, Bestimmung von Dimethylisophthalat 287
m-Dinitrobenzol, zur Bestimmung von Cardenolid- und Digitanolverbindungen 319
3,3′-Dinitro-4,4′-bis(-4-hydroxybenzolazo-)-biphenyl zur Bestimmung von Magnesium 360
2,4-Dinitrophenylhydrazone, zur Bestimmung gesättigter aliphatischer Carbonylverbindungen in Gemischen 221
Diparcol, Bestimmung 159
4,4′-Diphenoxy-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-Komplexen 73
Diphenylamin, Bestimmung im Pulver 384
Diphenylcarbazid zur Bestimmung von Chrom und Vanadium 156
4,4′-Diphenyl-2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-Komplexen 73
Diphenylindol, Reaktion mit 2-Nitroindandion-1,3 289
4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin zur Bestimmung von Serumeisen 387
Diphenylsulfid, Reagens auf organische Perverbindungen 436
2,2′-Dipyridyl, spektralphotometrische Kennziffern von Eisen(II)-Komplexen sowie von 4,4′-Derivaten 73; zur Bestimmung von Serumeisen 387

Disulfidgruppe, Bestimmung in intakter Wolle 237
Dithizon, Reinigung zur Bestimmung von Mikromengen eines Metalles 359
Drogen, Bestimmung von Rohfett in Rohdrogen 303
Druckfehlerberichtigung 400
Dysprosiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60

Eichkurven, Messungen ohne Eichkurven 321
Eierproteine, papierelektrophoretische Trennung 79
Eigehalt, Bestimmung in Teigwaren 79
Eisen, Farbreaktion 359, 421; Fällung als komplexes Ion 29; Nachweis und Bestimmung von 2- und 3-wertigem Eisen 73; Bestimmung 66, 150; Bestimmung mit Benzolphosphinigsäure 371; amperometrische Bestimmung mit ÄDTA 208; Bestimmung in Gegenwart von Vanadium und Titan 372; Abtrennung 52, 63; Trennung von Kupfer 208; von Zink 58; von Zirkonium 345; von Rhodium und Iridium 77; Bestimmung in metallischem Kupfer 135; in Beryllium 136; in Wismutlegierungen 445; im Schwefel 99; in aluminothermisch dargestelltem Chrom 143; in Tellur 447; in Eisen-Aluminiumbronzen 445; in metallischem Nickel 148; in Nickel, Aluminium und ihren Salzen 451; Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Titan in Schlacken, die metallisches und zweiwertiges Eisen enthalten 460; Bestimmung in reinem Natriumchlorid, Kalium- oder Natriumhydroxyd oder Natriumcarbonat 155; Schnellbestimmung in Beizen für Eisen und Stahl 461; Bestimmung im salzsauren Bodenauszug 459; in Pflanzenmaterial 464; in Gelatine 382; im Serum 387; Bestimmung des Serumeisens und der Eisenbindungskapazität 387; Einfluß auf die Goldtitration 55; auf die Aluminiumbestimmung 201; auf die Thoriumbestimmung 351; auf die Phosphatbestimmung 108; Bestimmung von Natriumsalzen, Chrom und Eisen in Eisenbeizen 461; von Kupfer 448; von Ni, Co und Cu 359
Eisen(II), spektralphotometrische Kennziffern von Komplexen mit 4,4′-disubstituierten Derivaten von 2,2′-Dipyridyl; 73 cerimetrische Bestimmung 173
Eisen(III), Bestimmung mit Tropolon 208; Abtrennung 74
Eisen-Aluminiumbronzen, Bestimmung von Fe und Al 445
Eisenbeizen, Bestimmung von Verunreinigungen 461
Eisenbindungskapazität, Bestimmung 387
Eisengruppe, bester p_H-Bereich zur Trennung von der Titangruppe 52
Eisenlegierungen, Bestimmung von Kupfer 143
Eisenmetalle, Bestimmung von Zink 450
Eisensulfat, papierchromatographische Bestimmung durch Fluorescenz 41
Eisen(II)-sulfat, Bestimmung 156
Eiweiß-Bilirubingemische, Absorptionsspektren 320
Eiweißhydrolysate, Nachweis schwefelhaltiger Aminosäuren und ihrer Peptide 311
Elektrochemische Prozesse, Übergangskoeffizienten oder Reversibilität 46
Elektroden, selektiv durchlässige Membranelektroden in der Analyse 43; leicht herzustellende Kalomelbezugselektrode 50; Verhalten der Antimon-Mikroelektrode 49; Verwendung der Levin-Antimon-Mikroelektrode 50; Bestimmung von Molybdän mit Wolfram- und anderen Elektroden 369; Platin-, Graphit- und Wolframelektroden bei der Polarographie in Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelzen 47, 48; Anwendbarkeit der Glaselektrode 207; Einfluß der Zusammensetzung der Glaselektrode auf die p_H-Messung 44
Elektrodenpotential, kontrolliertes Elektrodenpotential zur Ausführung von Oxydationen und Reduktionen 53
Elektrophorese, Anordnung zur Säulenelektrophorese 358; Apparatur zum automatischen Färben und Entfärben 123; Trennung von Serum in einem Flüssigkeitsfilm aus mit Agar behandelter Pufferlösung 312
Elementaranalyse, Bestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 211; von Kohlenstoff in organischen Substanzen 211; von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen 433, 434; von Stickstoff nach Dumas 211, 212; Untersuchung des Azotometergases bei der Stickstoffbestimmung nach Dumas

425; Kjeldahl-Bestimmung von Stickstoff in Verbindungen mit NN- und NO-Bindungen 212; Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 213; von Sauerstoff in organischen Verbindungen 213; von Sauerstoff in organischen Substanzen, Berichtigung 400; von Schwefel in organischen Verbindungen 214; von Fluor in organischen Substanzen 434; von Chlor in perchlorierten Verbindungen 435; von Jod in organischen Verbindungen 214
Emulsionen, Bestimmung von Hexachlorophen und Bithionol 383
Enzyme, Gewinnung und analytische Verwendung 399
Enzymnachweis mit der Pinselmethode 399
Eosin, Indicator bei der Halogentitration mit Silber 128
Ephedrin, Titration 291
Erbiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Erdalkalien, Abtrennung von Zink 58
Erdöl, Untersuchung von Öl durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie 377; Zerlegung in Fraktionen und Identifizierung der Bestandteile 376
Erdölproben, Untersuchung 376
Erdölprodukte, Bestimmung der Pyrolyse 213
Eriochromschwarz A als Indicator in der Chelatometrie 128
Eriodictin, Bestimmung in Citrin 159
Erythrocyten, Bestimmung von Magnesium 307
Erythrosin B, Indicator bei der Titration von Halogenen mit Silber 128
Erze, Schnellanalyse mittels γ-Strahlung 452; Bestimmung verschiedener Stoffe aus einer Einwaage 150; von Bor 59; von Thallium 149; von Zinn neben Blei 374; von Blei 375; von Wolfram 453
Essigsäure, Nachweis 226; Bestimmung 225
Essigsäureanhydrid, Basizität der Stickstoffbasen und Anionbasen (anionic bases) in Essigsäureanhydrid 219
Essigsäurevinylester, Farbreaktion 215
Ester, Bestimmung in Oxydationsprodukten von Paraffinen 236
Esterase, Nachweis 399
Esterzahl, Bestimmung in Braunkohlenbitumenstoffen 235
Eugenol, Farbreaktion 216
Europiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Extraktionsmittelrückstände, Bestimmung in coffeinfreiem Kaffee 295
Extraktionsprodukte, Bestimmung der Aromatgrößenverteilung 375

F-Säure, Bestimmung 441
Feldspäte, Bestimmung von Kieselsäure 454
Fenchon, Farbreaktion 217
Ferrochrom, Bestimmung von Kupfer 102
Ferroin zum Nachweis und zur Bestimmung von Cyaniden 65
Ferrolegierungen, Bestimmung von Kupfer 101
Ferromangan, Bestimmung von Mangan 152
Ferromolybdän, Bestimmung von Molybdän 369
Ferron zur Bestimmung von Uran(VI) 201
Ferrowolfram, Bestimmung von Sb, Sn und As 451
Feste Proben, Anreicherung von Uran zur Bestimmung 61
Fett, Differentialthermoanalyse 229; Bestimmung von Rohfett in Rohdrogen 303
Fettsäuren, papierchromatographische Untersuchung 438; Analyse flüchtiger Fettsäuren 226; Bestimmung cyclischer Fettsäuren 441; gaschromatographische Trennung als Methylester 225; Bestimmung von Hydroperoxyden, Dialkylperoxyden und Ozoniden in ungesättigten Fettsäuren 436
Fibrinogen, Bestimmung 390
Fichtenholz, Untersuchung 436
Fischsperma, Bestimmung der Purine und Pyrimidine in den Nucleinsäuren 396
Flammenphotometrie, Zugabe von Standardsubstanzen 39
Flavonoide, Bestimmung im Tabak 387
Floxin, Indicator bei der Titration von Halogen mit Silber 128
Fluoborsäure als Aufschlußmittel zur Bestimmung von Kupfer in Eisen- und Nichteisenlegierungen 143
Fluor, Bestimmung in Fluoriden der Seltenen Erden 60; Abtrennung von anorganischen Verbindungen 206; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 434
β-Fluoräthylcarbanilat, Bestimmung in der Luft 132
Fluoranthen, Nachweis in Tabakrauch 385
Fluoren, Nachweis in Tabakrauch 385

Fluoresceinkomplexon, Untersuchungen 50; für komplexometrische Titration 51
Fluorescenz in der Papierchromatographie 41
Fluorexon, Verwendung bei ÄDTA-Titrationen 51
Fluorid, Nachweis 124; Mikrobestimmung 71; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Fluoride der Seltenen Erden, Bestimmung von Fluor 60
Fluorierte uranhaltige Lösungen, Bestimmung von Ionium 461
2-Fluorofluoren, Bestimmung in der Luft 132
Fluorwasserstoff, Bestimmung kleiner Mengen mit Titanchromotrop-Reagens 206; Bestimmung von Wasser in flüssigem Fluorwasserstoff 158
Flußwasser, Bestimmung von Gasen 442
Formaldehyd, Bestimmung 223; Bestimmung in Mischungen 222; in Thioharnstoff-Formaldehydkondensationsprodukten 380
Formaldehyd-Thioharnstoffkondensationsprodukte, Bestimmung von Formaldehyd 380
Formiat, Bestimmung in Gegenwart von Salzen anderer organischer Säuren 228
Fraktionssammler zur Sammlung von Fraktionen mit gleichem Volumen 130
Fremdsalze, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung in Meerwasser 443
Fruchtsäfte, Bestimmung von Vitamin C 80
Fuchsin zur Bestimmung von Antimon 68
Fuchsinschweflige Säure zur Farbreaktion mit Alkoholen und Ketonen 217

Gadoliniumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Galakturonsäure, Abtrennung 122
Gallion zur Bestimmung von Gallium 64, 203
Gallium, photometrische Bestimmung mit Gallion 64, 203; polarographische Bestimmung 48; Bestimmung von Silicium 141
Galliumarsenid, Untersuchung 445
Gallussäure, Nachweis 232
Gaschromatographie, Grundlagen 354; Anwendungen, Definitionen und Meßeinheiten 354; Spurenanalyse 120; Analyse komplizierter Gasgemische 355; siehe auch Gasverteilungschromatographie
Gase, Bestimmung in natürlichen Wässern 442; Bestimmung gelöster Gase im Schwefel 96; Untersuchung von Mercaptanen und Sulfiden in Gasen 296
Gasgemische, chromatographische Analyse 133
Gasöl, Bestimmung in Erdöl 376
Gasolin, Bestimmung von Phosphor 377
Gasverteilungschromatographie, einheitliche Darstellung 354
Gelatine, Bestimmung von Eisen 382
Genauigkeit von Analysenmethoden 335
Geraniol, Farbreaktion 216
Germanium, Bestimmung mit Quercetinsulfonsäure 204; Bestimmung von Indium 300
Gesteine, Bestimmung von Bor in Sedimentgesteinen 266; von Aluminium 201; von Thallium 149; von Uran 453; von Titan 145
Getreide, Bestimmung von Alodan-Rückständen 401
Gewebe, Isolierung und Reinigung der Gesamtlipoide 315; Bestimmung von Sialinsäuren 397
Gewebsextrakte, Bestimmung von Thiolgruppen 218
Ginster, Bestimmung von Spartein in Besenginster 160
Gitoxin, Bestimmung in Digitalis purpurea-Glykosiden 160
Glas, Bestimmung von Natrium in aluminiumreichen Gläsern 153; von Aluminium 154; von Titan 145
Glasapparatur zur Erleichterung von Tüpfeltesten 53
Glaselektrode, Anwendungsmöglichkeiten 207; Einfluß der Zusammensetzung auf die p_H-Messung in nicht rein wäßrigen Lösungen 44
Glasfaserpapier als Reaktionsgefäß 358
Glaszusammensetzung, Einfluß auf die p_H-Messungen mit Glaselektroden 44
γ-Globulin, Bestimmung 390
Glucosamin, Abtrennung 122
Glucose, Abtrennung 122
Glucosidasen, Nachweis 399
Glucuronsäure, Abtrennung 122
Glutaminsäure, R_f-Wert 310; Abtrennung 122
Glutathion, Nachweis 311; Bestimmung 312
Glycerin, Bestimmung von Wasser 382
Glycin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122, 357

Glykocholsäure, Abtrennung 319
Glykodesoxycholsäure, Abtrennung 319
Glykolithocholsäure, Abtrennung 319
N-Glykolylsialinsäure, Bestimmung 398
Glykoside, Trennung eines Gemisches aus Convallaria majalis 122
Glyoxal, Nachweis in Zigarettenrauch 385
Gold, Farbreaktion 421; Fällung als komplexes Ion 29; Titration mit Ascorbinsäure 55; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Graphit, Bestimmung von Magnesium 144
Graphitelektroden bei der Polarographie in Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelzen 48
Guajacol, Nachweis 232
Gußeisen, spektralanalytische Untersuchung 448; Bestimmung von Magnesium 144

Hämoglobine, elektrophoretische Trennung 313
Hafnium, Abtrennung 52; Bestimmung in Zirkonium und seinen Legierungen 139
Halbstufenpotentiale, Bestimmung aus den registrierten Polarogrammen 47
Halogen, Nachweis von aliphatisch gebundenem Halogen 126; Bestimmung in Schädlingsbekämpfungsmitteln 383
Harn, Bestimmung von Harnstoff, 389; von Brenztraubensäure 231; von Histamin 395; Identifizierung von Meprobamat 397; Bestimmung der 17-Ketosteroide 317; von Dehydroepiandrosteron 392; von Pregnan-3α,-17α,20α-triol 318; siehe auch Urin
Harnsäure, Bestimmung in Harnsteinen 396
Harnsteine, Untersuchung 396
Harnstoff, Bestimmung im Harn 389
Helicin, Nachweis 125
Helium, Bestimmung in Wasser 442
Hesperidin, Bestimmung in Citrin 159
Hexachlorophen, Bestimmung in Seifen, Emulsionen und Stäubemitteln 383
Hexacyanoferrat(III) zur Titration von Vanadium 15; Bestimmung 112; papierchromatographische Bestimmung durch Fluorescenz 41
Hexametaphosphat zur Fällung von Uran(IV) 62
1,6-Hexandiamin, Abtrennung 219
Hexathionat, Bestimmung 5, 13
Hexogen, Bestimmung 384
Hexosen, Bestimmung des Acetylierungsgrades 229
Histamin, Abtrennung 122; Bestimmung in Blut und Harn 395
D,L-Histidin, R_f-Wert 310
Histidinhydrochlorid, Abtrennung 122
Hochfrequenztitrationen, meßtechnische Eigenschaften des Hochfrequenztritimeters 48; Titrimeter mit hoher Arbeitsfrequenz 49; Überlagerungsgerät 49; Konstruktion von Meßzellen 49
Hochofenschlacken, Bestimmung von Calcium und Silicium 152
Hochpolymere Verbindungen, Konzentration in stark verdünnter Lösung 380
Holmiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Holzcellulose, Bestimmung monomerer Zucker 379
Holzrückstände, Untersuchung 436
Homocystein, Bestimmung 312
Homocystin, Bestimmung 312
Humussäuren, Bestimmung von Schwefel 235
Hydrazin, Bestimmung 129; maßanalytische Bestimmung 68; Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 212
Hydrazinsulfat als Reduktionsmittel für Molybdän(VI) 177; zur Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 112
Hydrazone, Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 212
Hydrocarpussäure, Bestimmung 441
Hydrochinon, Nachweis 232; cerimetrische Bestimmung 176
Hydrocortison, Absorptions- und Fluorescenzspektren 317
Hydroperoxyde, Bestimmung in ungesättigten Fettsäuren 436
2-Hydroxy-3-chlor-5-nitrobenzol-(1-azo-2′)-1′hydroxy-8′-aminonaphthalin-3′,6′-disulfonsäure zur Bestimmung von Gallium 64
2-Hydroxy-$\Delta^{2,4,6}$-cycloheptatrienon-(1) zur Bestimmung von dreiwertigem Eisen 208
Hydroxylamin, Bestimmung 129; neben Nitroäthan 284
2-(2-Hydroxy-5-methoxyphenylazo)-4-methylthiazol, Farbreaktion mit verschiedenen Metallionen 359; zur Bestimmung von Kupfer 360
Hydroxyphenyl-benzo-γ-pyrone, Nachweis 287
5-Hydroxytryptamin, Abtrennung 122
Hypobromit, neue Methode der Titerstellung 411
Hypochlorit, Bestimmung neben Chlorit 206

Indicatoren, Mechanismus und Wirkungsweise und Adsorptionsindicatoren 128; Triphenylmethanverbindungen als Redoxindicatoren 172; Azoviolett zur Bestimmung von Benztriazolen 289
Indigocarmin, Bestimmung 288; Zerstörung bei der bromatometrischen Titration von Arsen 50
Indium, Bestimmung 69; flammenphotometrische Bestimmung 203; polarographische Bestimmung 48, 65; Bestimmung in Zinklegierungen 137; in Germaniummetall 300; Bestimmung von Cadmium 138; von Silicium 141
Indiumantimonid, Untersuchung 445
Indiumarsenid, Untersuchung 445
Indol, Reaktionen von 2-Nitroindandion-1,3 289; Bestimmung in der Luft 132
Industriewaren, Bestimmung von Acrylnitril 381
Infrarotspektralphotometer, Einbringung kleinster Probenmengen 353
Infrarotspektroskopie zur Untersuchung von kleinen Substanzproben 353
Infuse, Bestimmung von Spartein 160
Inhaltsstoffe, Bestimmung in der Kartoffelknolle 237
Insecticide, Bestimmung phosphororganischer Insecticide in der Luft 133
Insulin, Bestimmung der Wirksamkeit 320
Ionenaustauscher, Anwendung in der analytischen Chemie 358
Ionenaustauschharze, Verwendung bei der Säure-Base-Titration 51
Ionium, Bestimmung in fluorierten uranhaltigen Lösungen 461
Iridium, Nachweis 125; Abtrennung 210; Trennung von Eisen, Nickel und Kupfer 77
Isobutan, gaschromatographische Bestimmung 355
Isobutylen, gaschromatographische Bestimmung 355
Isochlortetracyclin, Bestimmung 306
Isocyanate, Bestimmung von Aminen, die aus Isocyanaten entstanden sind, in der Luft 296
Isoeugenol, Farbreaktion 216
Isoleucin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122
Isonicotinamid, Bestimmung 290
N-Isonicotinoyl-N′-(N″-acetyl-glucosamin)-hydrazon, Identifizierung 290
Isonicotinoylglycin, Nachweis und Bestimmung 290
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung und Nachweis 290; Bestimmung 289
Isooxim von Cyclohexanon, Bestimmung 284
Isopentan, gaschromatographische Bestimmung 120
Isophthalsäure, Bestimmung in Gemischen 287
Isopropylamin, Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
Isopropyltrichlorsilan, Bestimmung 221
Isothiocyanate, Identifizierung 230
Isovaleriansäure, Bestimmung 225
Isoxazole, Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 212

Jod, Reaktion mit Magnesiumhydroxyd 361; Bestimmung in organischen Verbindungen 214; Bestimmung des Gesamtjods in Blutserum 308
Jodat, Bestimmung neben Perjodat 371
7-Jod-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure zur Bestimmung von Uran 201
Jodid, Bestimmung 207; quantitative Bestimmung 207; Bestimmung neben Chlorid 72
Jod-Jodkaliumlösung, zum Nachweis von Caprolactam 284
Jodobismutat, zum Nachweis von Caprolactam 284
Jodomercurat, zum Nachweis von Caprolactam 284
^{131}J-3-Jodtyrosin, Bestimmung auf Papierchromatogrammen mittels Radioaktivität 42
Jodzahl, Bestimmung in Braunkohlenbitumenstoffen 235

Kälber, Bestimmung der Wirksamkeit von Insulin 320
Kaffee, Bestimmung chlorhaltiger Extraktionsmittelrückstände in coffeinfreiem Kaffee 295
Kakothelin zum Nachweis des 2wertigen Eisens 73
Kalisalze, Bestimmung kleiner Urangmengen 458
Kalium, gravimetrische Bestimmung als Kaliumtetrafluoroborat 53; maßanalytische Bestimmung 198; Abtrennung 54; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in Harnsteinen 396
Kaliumchlorid-Lithiumchlorid-Schmelze als polarographisches Medium 47
Kaliumcyanid, Umsetzung mit Isonicotinsäure 290
Kaliumhexacyanokobaltat(III) zur Trennung von Nickel und Silber 209

Kaliumhydroxyd, Bestimmung von Eisen 155
Kaliumjodat zur Bestimmung von Uran(IV) 365
Kaliumpermanganat zur Oxydation von Oxalatotitankomplexen 130
Kaliumtetrafluoroborat zur Bestimmung von Kalium 53
Kalomelbezugselektrode, Herstellung und Anwendung 50
Kaolin, Bestimmung von Kieselsäure 454
Karl-Fischer-Lösung, Haltbarkeit und Herstellung 330
Kartoffelknolle, papierchromatographischer Nachweis von Inhaltsstoffen 237
Kerosen, Bestimmung in Erdöl 376
Kesselablagerungen, Bestimmung von Schwefelsäure 153
Kesselwasser, Bestimmung von Phosphor 297
Ketone, Reaktionen mit fuchsinschwefliger Säure 217; Bestimmung in Oxydationsprodukten von Paraffinen 236; Bestimmung von Cyclohexanon 288
17-Ketosteroide, Bestimmung im Harn 317
Kieselsäure, Bestimmung 150; Bestimmung in Silicaten, Feldspäten, Kaolin, Ton und Chamotteerden 454; im Schwefel 99; Einfluß von Fremdsalzen auf die colorimetrische Bestimmung in Meerwasser 443
Knochen, Bestimmung von Natrium 307
Kobalt, Fällung als komplexes Ion 29; Farbreaktion 169, 359; Bestimmung 209; photometrische Bestimmung 75; spektrophotometrische Bestimmung mit Nicotinamidoxim 407; Bestimmung mit Arsenazo 359; chelatometrische Titration 128; Abtrennung 52; von Zink 58; von Zink nach der Amalgammethode 209; von Zirkonium 345; Bestimmung in metallischem Nickel 148; in Nickelverbindungen 158; in Pflanzenmaterial 464; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; Bestimmung von Kupfer 101
Kobalt(II), Abtrennung 74
Kobaltsulfat, papierchromatographische Bestimmung durch Fluorescenz 41
Kobaltverbindungen, Bestimmung von Nickel 158
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Sialinsäuren 397
Kohlen, Bestimmung von Schwefel 235; röntgenographische Untersuchung der Aromatengrößenverteilung im Extrakt 375
Kohlendioxyd, gaschromatographische Bestimmung 355; Bestimmung in Gasgemischen 133; Bestimmung in Wasser 442
Kohlenhydrate bei der Trennung von Eisen und Kupfer 208; Bestimmung beim Wachstum der Chlorella 238
Kohlenmonoxyd, Bestimmung in Gasgemischen 133; gaschromatographische Bestimmung 355
Kohlenstoff, Mikrobestimmung 434; Bestimmung im Schwefel 89, 99; in organischen Substanzen 211, 433; in Staubpartikeln in der Luft 130; in Chromnickelstählen 145
Kohlenwasserstoffe, Bestimmung von gesättigten, in aromatischen Kohlenwasserstoffen 217; Bestimmung in der Luft 131; aromatischer Kohlenwasserstoffe in der Luft 132; von C_1-C_4-Kohlenwasserstoffen in Gasgemischen 133; der Summe der Aromaten in Benzin 378; Nachweis cancerogener Kohlenwasserstoffe in Tabakrauchkondensaten 385
C_5-Kohlenwasserstoffe, gaschromatographische Bestimmung 355
Koks, röntgenographische Untersuchung der Armaturgrößenverteilung im Extrakt 375
Komplexbildendes Agens, Bestimmung in Molekularverbindungen 286
Komplexbildner bei der Titration von Metallen und organischen Verbindungen 127
Komplexometrie, Verwendung von Fluoresceinkomplexon, Calcein und Fluorexon 50/51; von Eriochromschwarz A als Indicator 128
2-Komponentenmischungen, Analyse flüchtiger 2-Komponentenmischungen durch Wärmeleitfähigkeitsmessungen an ihren Dämpfen 120
Korallen, Bestimmung von Thorium 307
Kresol, Nachweis 232
p-Kresol, Bestimmung in Industrieabwässern 443
Kristallreaktionen in Schmelzen 126
Kunststoffe, wasserlösliche Kunststoffe zur Fällung komplexer Ionen der Übergangsmetalle 29
Kunststoffklebstoffe, Untersuchung der Lösungsmittel 381
Kupfer, Fällung als komplexes Ion 29; Farbreaktion 169, 359; Bestimmung 55, 150; Bestimmung von Cu(I) und Cu(II) 360; potentiometrische Titra-

tion 54; polarographische Bestimmung 48; Bestimmung mit Arsenazo 359; mit 2-(2-Hydroxy-5-methoxyphenylazo)-4-methylthiazol 360; als Oxalat 54; chelatometrische Titration 128; Bestimmung neben Cd, As und Al 54; Trennung von Eisen 208; von Rhodium und Iridium 77; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in Tellur 447; in Eisen und Stahl 448; im Stahl 145; in Stahl, Ferrolegierungen, Aluminium, Chrom, Kobalt, Mangan und Nickel 101; in Eisen- und Nichteisenlegierungen 143; in metallischem Nickel 148; in Nickel, Aluminium und ihren Salzen 451; in landwirtschaftlichen Erzeugnissen 464; in Pflanzenmaterial 464; Einfluß auf die Goldtitration 55; auf die Thoriumbestimmung 351; auf die Phosphatbestimmung 108; Bestimmung von Silber 298; von Eisen 135
Kupferarsenid zum colorimetrischen Nachweis von Arsen 68
Kupfer-Borfluorborat-Elektrolyten, Analyse 463
Kupferlegierungen, Bestimmung von Zink 299; von Silicium in Kupferlegierungen 135; von Silicium in mangan- und nickelhaltigen Kupferlegierungen 136
Kupfersulfat, papierchromatographische Bestimmung durch Fluorescenz 41

Lacke, Untersuchung der Lösungsmittel 381
Lävulose, Abtrennung 122
Landwirtschaftliche Erzeugnisse, Bestimmung von Kupfer 464
Lanthan, Bestimmung in Plutonium 299; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Lanthanfluorid, Bestimmmung von Fluor 60
Lanthanpräparate, Bestimmung von Cer 155
Largactyl, Bestimmung 159
Laugen, Bestimmung von Lithium und Natrium 154
Laurinsäure, Bestimmung 225, 441
Lebensmittel, Bestimmung von schwefliger Säure 292; siehe auch Nahrungsmittel
Leichtmetalle, Bestimmung von Titan 145
Lepidolith, Bestimmung von Lihtium 148
Leucin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122, 357
Leukomalachitgrün zur Bestimmung von Mangan 371
Levin-Antimon-Mikroelektrode, Verhalten 49
Limonen, Farbreaktion 215
Linolensäure, Bestimmung 441
Linolsäure, Farbreaktion 215, 216; Bestimmung in Speiseölen 227
Lipoide, Bestimmung in Teigwaren 79; Bestimmung und Trennung im Blutserum 315; Isolierung und Reinigung der Gesamtlipoide in tierischem Gewebe 315
Liquor, Bestimmung der Proteinfraktion 391
Lithium, Bestimmung in Beryllium 136; spektrographische Bestimmung in Mineralien 148; Bestimmung in Laugen 154
Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelze, als polarographisches Medium 47
Lithocholsäure, Abtrennung 319
Lösungen, Bestimmung von Uran in kleinen Mengen 62; von Aminen 296
Lösungsmittel, Untersuchung der Lösungsmittel von Kunststoffklebstoffen und Lacken 381
Luft, Bestimmung von Kohlenstoff in Staubpartikeln 130; von Kohlenwasserstoffen 131; von aromatischen Kohlenwasserstoffen 132; von Tetrachlorkohlenstoffdampf 131; von Benzaldehyd 132; von Acrylnitril 381; von Phthalsäureanhydrid 132; phosphororganischer Insecticide 133; von Aminen, die aus aromatischen Isocyanaten entstanden sind 296; von Cyclohexanon und Cyclohexanol 442
Lufterhitzer, Bestimmung von Schwefelsäure in den Ablagerungen 153
Luteolin, Nachweis 287
Lutetiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Lysin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122

Magnesium, Farbreaktion 169; Nachweis mit N-Arylchinocyanin-Farbstoffen 199; Bestimmung 66; kleinster Mengen 56; Bestimmung mit neuem Reagens 360; komplexometrische Bestimmung mit Säuremonochromblau 3 als Indicator 129; mit Metomega-Chromblau BBL als Indicator 165, 170; Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Titration, Berichtigung 400; Bestimmung neben Calcium 56; Ab-

trennung 57; Abtrennung von Zink 58; Bestimmung in Beryllium 136; in Aluminiumlegierungen 444; in Wismutlegierungen 445; im Schwefel 99; in Gußeisen und Graphit 144; in Platin und Palladium 452; in konzentrierten Lösungen von Natriumchlorid 461; in Pflanzenmaterial 464; in roten Blutkörperchen 307; in Harnsteinen 397; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Magnesiumhydroxyd, Reaktion mit Jod 361
Magnesiumoxyd, Bestimmung 150
Malachitgrün zur Mikrobestimmung von Antimon 68
Maleanilsäure, analytische Reaktionen 418; Farbreaktionen von Derivaten 419
Maleinhydrazid, Bestimmung 231
Malonsäureester, Bestimmung von Diäthylmalonat 231; Bestimmung von Diäthylmonoalkylmalonaten neben disubstituierten Malonestern 231
Malzextrakt, Bestimmung von Zucker 78
Mangan, Farbreaktion 169, 359; Bestimmung 66, 150; Spurenbestimmung mit Leukomalachitgrün 371; chelatometrische Titration 128; Bestimmung mit Metomega-Chromblau BBL als Indicator 170; Abtrennung 52; von Zink 58; von Zirkonium 345; Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in Ferromangan und Manganschlacke 152; in chrom- und vanadiumhaltigen Stählen 147; in Gußeisen 448; in Pflanzenmaterial 464; Bestimmung von Kupfer 101
Mangan(II), amperometrische Bestimmung 73
Manganhaltige Kupferlegierungen, Bestimmung von Silicium 136
Manganknollen, Untersuchung der isotopischen Zusammensetzung des Bleigehaltes 457
Manganschlacke, Bestimmung von Mangan 152
Margarine, Infrarotspektroskopische Untersuchung 80
Marine Ablagerungen, Nachweis organischer Stoffe 151; Bestimmung von Chlorophyllderivaten, Aminosäuren und organischen Säuren 152
Mazaklegierungen, Bestimmung von Indium 137
Meerwasser, Einfluß von Fremdsalzen auf die colorimetrische Bestimmung der löslichen Kieselsäure 443
Membranelektroden, analytische Verwendung selektiv durchlässiger Membranelektroden 43
Menschenurin, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin als Sympathin 314
Meprobamat, chromatographische Identifizierung 397; Bestimmung in Urin 309
Mercaptane, Bestimmung 218; Untersuchung in Gasen 296
Mercaptophos, Bestimmung in der Luft 133
Messing, Bestimmung von Silicium 136
Messung ohne Eichkurven 321
Meßzellen für Hochfrequenztitrationen 491
Metalle, komplexometrische Titration 127; Reinigung von Dithizon zur Mikrobestimmung 359; Bestimmung in Blei, Wismut und Zinn 300
Metall-8-hydroxychinolinverbindungen, Verteilung zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268
Methan, gaschromatographische Bestimmung 355
Methanol, Einfluß in Karl-Fischer-Lösungen 332
Methionin, Nachweis 311; R_f-Wert 310; Abtrennung 357
3-Methoxy-4-äthoxybenzaldehyd, Bestimmung 436
Methoxygruppen, Bestimmung von Alkoholen und Phenolen in siliciumorganischen Verbindungen, die Methoxygruppen enthalten 382
3-Methoxy-4-propoxybenzaldehyd, Bestimmung 436
Methylacetylen, gaschromatographische Bestimmung 355
Methylamin, Abtrennung 219; Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
9-Methylanthracen, Bestimmung in der Luft 132
Methylcyclohexanole, Trennung der Steroisomeren 121
Methylenblau, Bestimmung 288
Methylester zur Bestimmung von Fettsäuren 225
Methyleugenol, Farbreaktion 216
Methylheptenon, Farbreaktion 216
Methylindole, Reaktionen mit 2-Nitroindandion-1,3 289
Methyllinoleat, Autoxydation 437
Methyloleat, Bestimmung neben Styrol 286
Methyloleathydroperoxyd, Abbau bei der Oxydation 437

Methylorange, Zerstörung bei der bromatometrischen Titration von Arsen 50; Abtrennung 356
Methylpentane, gaschromatographische Bestimmung 120
Methylphenylsulfid, Bestimmung in der Luft 132
2-Methyl-1-propanthiol, Identifizierung 377
2-Methyl-2-propanthiol, Bestimmung im Öl 377
N-Methylpyrrol, Reaktion mit Indol und Carbazol 289
Methylrot, Abtrennung 356
3-Methyl-2-thiabutan, Bestimmung im Öl 377
2-Methyl-3-thiapentan, Bestimmung im Öl 377
2-Methylthionaphthalin, Bestimmung in der Luft 132
Methyltrichlorsilan, Bestimmung 221
N-Methylverbindungen, Nachweis 126
Methylviolett zur Bestimmung von Antimon 68
Metomega-Chromblau BBL als Metallindicator 165
Mikroanalyse, quantitative organische Mikroanalyse 433
Mikrobüretten, Füllvorrichtung 52
Mikrokristallreaktionen in Schmelzen 126
Milchpulver, Löslichkeit 294
Milchsäure, Nachweis 226
Milchsäuredehydrase, Bestimmung in biologischem Material 399
Mineralien, spektrographische Bestimmung von Lithium 148; Bestimmung von Bor 59
Mineralwasser, Bestimmung von Gasen 442
Molekularverbindungen, Bestimmung des komplexbildenden Agens in polynitroaromatischen Verbindungen 286
Molybdän, polarographisches Verhalten der Heteropolysäuren 247; Bestimmung 202; Bestimmung mit Wolfram- und anderen Elektroden 369; Titration 71; komplexometrische Titration 429; photometrische Bestimmung neben Wolfram 30; Bestimmung in natürlichen Wässern 297; in Beryllium 136; Analyse ternärer Legierungen mit Plutonium und Uran 137; Bestimmung im Stahl, in Wolfram- und Rheniumpräparaten 147; in Titanweiß 156; Bestimmung von Wolfram neben Molybdän 71
Molybdän(V), cerimetrische Bestimmung 175
Molybdän(VI), volumetrische Bestimmung 177
Molybdän(V)-ÄDTA-Komplex, zur Bestimmung von Molybdän neben Wolfram 30
Molybdänhaltige Produkte, Bestimmung von Rhenium 157
Molybdän-Tantal-Legierungen, Bestimmung von Molybdän 432
Molybdän-Wolfram-Legierungen, Bestimmung von Molybdän 432
Molybdatokieselsäure, polarographisches Verhalten 247
Monazitsand, Bestimmung von Thorium und Uran 455
Monoamie, Trennung 219
Monocarbonsäuren, Nachweise 226; Bestimmung gesättigter aliphatischer Monocarbonsäuren 227; Trennung aromatischer Mono- und Dicarbonsäuren 287
Murexid zur Bestimmung von Zink 200
Muscheln, Bestimmung von Thorium 307
Myocain, Untersuchung 436
Myristinsäure, Bestimmung 225, 441

Nahrungsmittel, Bestimmung von Acrylnitril 381; siehe auch Lebensmittel
Nahrungsmittelproteine, Nachweis von Aminosäuregemischen 294
1,2-Naphthochinon-4-sulfonat, zum Anfärben von Isonicotinsäure in Serum und Urin 290
α-Naphthol zur Bestimmung von Dihydrodesoxystreptomycin 306
2-Naphthol-3,6-disulfonsäure, Bestimmung 441
Naphthole, Nachweis 232
2-Naphtholsäuren, Bestimmung durch Titration mit Jodlösung 440
2-Naphtholsulfonsäuren, Bestimmung 441
Naphthylamine, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Natrium, Bestimmung in Beryllium 136; im Schwefel 99; in aluminiumreichen Gläsern 153; in Laugen 154; in Knochen 307; in Harnsteinen 397
Natriumbenzolsulfinat zur Bestimmung von Thorium 60
Natriumcarbonat, Bestimmung von Eisen 155
Natriumchlorid, Bestimmung von Calcium und Magnesium in konzentrierten Lösungen von Natriumchlorid 461; von Eisen 155
Natriumhexacyanoferrat(II) zur Bestimmung von Mangan(II) 73

Natriumhexametaphosphat zur Fällung von Uran(IV) 62
Natriumhydrogendiglykolat als Puffersubstanz 51
Natriumhydroxyd, Bestimmung von Eisen 155
Natriumnitrat, Bestimmung in Beizen für Eisen und Stahl 461
Natriumnitrit, Bestimmung in Beizen für Eisen und Stahl 461
Natriumpentacyanoaminoferrat zur Bestimmung von Isoniazid 290
Neodymfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Neodympräparate, Bestimmung von Cer 155
Neomycin, Wertbestimmung 305
Neon, Bestimmung in Wasser 442
Neptunium-239, Bestimmung in Uranylsulfatlösungen und Kühlmantel-Lösungen homogener Reaktoren 462
Nichteisenlegierungen, Bestimmung von Kupfer 143; von Zinn 302
Nichtwäßrige Lösungen zur Titration von Säuren 123/124
Nickel, Untersuchung der Diaminoglyoximkomplexe 372; Farbreaktion 169, 359; Nachweis 125, 126; Bestimmungsmöglichkeiten 373; colorimetrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim 241; photometrische Bestimmung 75; potentiometrische Titration 54; gravimetrische Bestimmung 372; Bestimmung mit Arsenazo 359; chelatometrische Titration 128; Bestimmung mit Metomega-Chromblau BBL als Indicator 165, 170; Abtrennung 52; Trennung von Silber 209; von Zirkonium 345; von Rhodium und Iridium 77; Bestimmung in Beryllium 136; in Schwefel 99; in Gußeisen 448; in Kobaltverbindungen 158; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; auf die Phosphatbestimmung 108; Bestimmung von Kupfer 101; von Kupfer und Eisen nebeneinander 451; von Bor 147; von Eisen, Kobalt und Kupfer 148
Nickelchromstähle, Bestimmung von Kohlenstoff 145
Nickelhaltige Kupferlegierungen, Bestimmung von Silicium 136
Nickelsalze, Bestimmung von Kupfer und Eisen nebeneinander 451; Bestimmung von Kobalt 209
Nickelsulfat, papierchromatographische Bestimmung durch Fluorescenz 41
Nickelverbindungen, Bestimmung von Kobalt 158
Nicotinamidoxim als analytisches Reagens 326, 407
Ninhydrin zur Bestimmung von Aminosäuren 389
Niob, Nachweis 125; Trennung von Zirkonium 368; Bestimmung in technischer Tantalsäure 157; Bestimmung von Titan neben Niob 143, 366
Nitraniline, Eigenschaften und Farbreaktionen 419
Nitrat, spektralphotometrische Bestimmung 68; Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 212
Nitrile, Nachweis 224; Bestimmung einfacher aliphatischer Nitrile 224
Nitrit, spektralphotometrische Bestimmung 68
p-Nitroacetophenon, Bestimmung 440
Nitroäthan, Bestimmung neben Hydroxylamin 284
p-Nitroäthylbenzol, Bestimmung 440
p-Nitrobenzol-azoresorcin zur Bestimmung von Benztriazolen 289
2-Nitroindandion-1,3, Reaktionen mit Indolen und Carbazol 289
N-Nitrosodimethylanilin, polarographische Untersuchung 286
Nitroso-SNADNS zur Bestimmung von Thorium 347
Nitroverbindungen, Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 212
Noradrenalin, Bestimmung in wäßrigen Lösungen 314; in Ratten- und Menschenurin 314
Nucleinsäuren, Bestimmung der Purine und Pyrimidine 396

Ölsäure, Farbreaktion 216
Oleodipalmitine, Bestimmung 229
2-Oleodipalmitoylstearin, Bestimmung 229
Oleodistearine, Bestimmung 229
Oleylamin, Farbreaktion 215
Oligomere, Untersuchung 190
Organische Basen, Titration in Chlorbenzol als Lösungsmittel 291
Organische Lösungsmittel, Verteilung von Metall-8-hydroxychinolinverbindungen zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268
Organische Reagentien, Verwendung in der anorganischen Analyse 418
Organische Säuren, Differenzierung 226; Bestimmung 436; papierchromatographische Trennung 227; Bestimmung von Formiat in Gegenwart von Salzen anderer organischer Säuren 228
Organische Verbindungen, Farbreaktionen ungesättigter Verbindungen

215; schnelle Verbrennung 215; pyrohydrolytische Spaltungen 215; komplexometrische Titration nach Reduktion mit flüssigen Amalgamen 127; Nachweis in marinen Ablagerungen 151; Bestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 211; von Kohlenstoff 211; von Kohlenstoff und Wasserstoff 433, 434; von Stickstoff in Verbindungen mit NN- und NO-Bindungen 212; von Phosphor 213; von Sauerstoff 213; von Sauerstoff, Berichtigung 400; von Schwefel 214; von Chlor in perchlorierten Verbindungen 435; von Jod 214
Organteile, Bestimmung von verschiedenen Enzymen 399
Oxalat, cerimetrische Bestimmung 176; Bestimmung in Harnsteinen 396
Oxalationen, hydrazinometrische Bestimmung 370
Oxalatotitankomplexe, Oxydation durch Kaliumpermanganat 130
Oxime, Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 212
Oxin, zur Chelatisierung von Aluminium bei der coulometrischen Bestimmung 59; papierchromatographische Analyse der Mischungen mit Vioform 33
Oxydationen, Gerät zur Ausführung 53
Oxydeinschlüsse, Bestimmung im Stahl 448
Oxytetracyclin, Bestimmung 306; Wertbestimmung 305
Ozon, kontinuierliche amperometrische Bestimmung in Stickstoff oder Sauerstoff 133
Ozonide, Bestimmung von Hydroperoxyden neben Ozoniden in ungesättigten Fettsäuren 436

Palladium, Fällung als komplexes Ion 29; Farbreaktion 423; photometrische Bestimmung 75; spektrophotometrische Bestimmung 210; Bestimmung mit Dimethylglyoxim oder Chinaldinsäure 373; Abtrennung 210; Bestimmung verunreinigender Metalle in affiniertem Palladium 452
Palmitinsäure, Bestimmung 225
2-Palmitoyloleostearin, Bestimmung 229
Papierchromatographie mit radialer Entwicklung 40; zentrifugal beschleunigte Ringchromatographie 356; Auswertung von Rundfilterchromatogrammen 121; Einflüsse auf die zweidimensionale Papierchromatographie 40; Anwendung der Fluorescenz 41; Lokalisierung UV-absorbierender Substanzen 41; kontinuierliche automatische Registrierung der Radioaktivität 42; Radiopapierchromatographie zur Untersuchung der Wackenroderschen Reaktion 1; Verwendung zur Auftrennung von Substanzgemischen 122; Gerät zur Bestimmung des R_f-Wertes 357; Einrichtung zum Ausmessen von Radiochromatogrammen und Pherogrammen 357
Papierelektrophorese auf horizontal liegendem Papierstreifen 122; Anwendung des Radialverfahrens 42; physikalisch-chemische Ermittlung optimaler Bedingungen 115; zur Auftrennung von Substanzgemischen 122; Gerät zum Auswaschen von Elektrophoresestreifen 42; Einrichtung zum Ausmessen von Radiochromatogrammen und Pherogrammen 357; Gerät zur Bestimmung des R_f-Wertes 357; Apparatur zur kontinuierlichen Ablenkung bei hohen Feldstärken 42
Papierstreifen, horizontal liegender Papierstreifen zur Papierelektrophorese 122
Paraffine, Bestimmung von Ketonen, Estern und Säuren in Oxydationsprodukten 236
Penicillin, Bestimmung 312
Penicillinamin, Bestimmung 312
Pentachlorphenyldichlormethan, Bestimmung von Chlor 435
Pentaerythrittetranitrat, Bestimmung 384
n-Pentan, gaschromatographische Bestimmung 120
Pentan-2,3-dion, Nachweis in Zigarettenrauch 385
Pentathionat, Bestimmung 5, 13
Pentrit, Bestimmung 384
Peptide, Nachweis 311
Perameisensäure, zur Bestimmung von Aminosäuregemischen 294
Perchlorierte Verbindungen, Bestimmung von Chlor 435
Perchlorstilben, Bestimmung von Chlor 435
Perchlortoluol, Bestimmung von Chlor 435
Perjodat, Bestimmung neben Jodat 371
Persäuren, Bestimmung organischer Persäuren 436
Perylen, Nachweis in Tabakrauch 385

Petalith, Bestimmung von Lithium 148
Petroleumöle, Bestimmung von Thiophen und aromatischen Sulfiden 236
Pflanzen, Bestimmung von Thorium 307
Pflanzenaufschlüsse, Bestimmung von Zink 238
Pflanzenmaterial, spektrochemische Analyse mit kondensierten Gleichstrombogenentladungen 464; Bestimmung von Zink mit Zincon 239
p_H-Meßketten, Temperaturabhängigkeit 43
p_H-Messungen unter extremen Bedingungen 43; in nicht rein wäßrigen Lösungen 44
Pharmazeutica, Titration der Tetracyclin-Antibiotica 305
Phenanthren, Nachweis in Tabakrauch 385
Phenazo zur Bestimmung von Magnesium 360
Phenergan, Bestimmung 159
Phenetidin, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Phenol, Bestimmung in der Luft 132
Phenole, Bestimmung in silicium-organischen Verbindungen 382
Phenolische Verbindungen, Nachweis 232
Phenothiazinverbindungen, Bestimmung 158
Phenoxygruppen, Bestimmung von Alkoholen und Phenolen in silicium-organischen Verbindungen, die Phenoxygruppen enthalten 382
Phenyläther, Bestimmung in der Luft 132
Phenylalanin, Abtrennung 122; Trennung von Tyrosin 310
Phenylendiamine, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Phenylfluoron, zur Bestimmung von Zinn 204
Phenylselenid, Bestimmung in der Luft 132
Phenyltrichlorsilan, Bestimmung 221
Pherogramme, Apparatur zum Färben und Entfärben 123
Phloroglucin, Nachweis 232
Phosphat, Nachweis 124; indirekte maßanalytische Bestimmung 106; Bestimmung in Harnsteinen 397; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351
Phosphate, Übersicht über die papierchromatographischen Methoden der Polyphosphatbestimmung 366
Phosphatide, Bestimmung durch Papierchromatographie 315; im Blutserum 315
Phosphor, Bestimmung 150; in organischen Verbindungen 213; Analyse von Säurechloriden 230; Bestimmung in Kesselwasser und Abwässern 297; in Vanadium und Vanadiumpentoxyd 143; im Schwefel 94, 99; in festen Brennstoffen 234; in Gasolin 377; im Pflanzenmaterial 464
Phosphororganische Insecticide, Bestimmung in der Luft 133
Phosphorsäure, Bestimmung mit Vanadomolybdatreagens 367; Bestimmung in Superphosphaten mit Ionenaustauschern 156
Phosphorsäurechloride, Analyse organischer Phosphorsäurechloride 230
Phosphorverbindungen, Bestimmung von Alkylphosphiten neben anderen organischen Phosphorverbindungen 220
Phosphorylase, Nachweis 399
Phosphor-Zinnbronze, Bestimmung von Silicium 136
Phthalsäureanhydrid, Bestimmung in der Luft 132
Physikalisch-chemische Meßmethoden zur Ermittlung der optimalen Bedingungen der Papierelektrophorese 115
Piaselenol, bei der Bestimmung von Selenspuren in Schwefelsäure 157
Pikrinsäure, Bestimmung in Molekularverbindungen 286
Plasma, Bestimmung von Isoniazid 290; der Cerebroside 388; von Tocopherol und Tocopherolacetat 320
Plasma-Prothrombin-Glucosylase, Bestimmung 394
Platin, Farbreaktion 423; Abtrennung 210; Einfluß auf die Goldtitration 55; Bestimmung verunreinigender Metalle in affiniertem Platin 452
Platinelektroden, bei der Polarographie in Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelzen 47
Platinmetalle, kritische Betrachtungen zur gravimetrischen Bestimmung 76
Plutonium, Analyse ternärer Legierungen mit Molybdän und Uran 137; Bestimmung von Lanthan 299
Plutonium-239, Bestimmung in Uranylsulfatlösungen und Kühlmantel-Lösungen homogener Reaktoren 462
Polarographie, Übergangskoeffizienten bzw. Reversibilität elektrochemischer Prozesse 46; Untersuchung über die Wechselstrompolarographie 46; Bestimmung der Halbstufenpotentiale aus dem registrierten Polarogramm

47; Untersuchungen über das Verhalten von Metallionen in der Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelze 47; Prüfung der Reinheit von Quecksilber für polarographische Zwecke 47; Entwicklung des Registrierpolarographen 46; Registrierpolarograph mit Synchronisation auf den Tropfenfall 46; Apparatur zur Wechselstrompolarographie 46; neuer „square-wave"-Polarograph 46
Poliomyelitis-Immunglobulin, Bestimmung von γ-Globulin 390
Polonium-210, Abtrennung 70
Polyäthylengefäße, Untersuchung auf Bor 363
Polyamine, Abtrennung 219
Polynitroaromatische Molekularverbindungen, Bestimmung des komplexbildenden Agens 286
Porphyrine, Unterscheidung der verschiedenen Phorphyrine 394
Präalbumine, Nachweis und quantitative Veränderungen 391
Praseodymfluorid Bestimmung von Fluor 60
Praseodympräparate, Bestimmung von Cer 155
Prednison, Bestimmung in Tabletten 304
Pregnan-3α, 17α,20α-triol, Bestimmung im menschlichen Harn 318
Prochlorperazin, Bestimmung 159
Profilierungsmethode, zur spektralanalytischen Untersuchung von Stählen und Thomas-Gußproben 447
Prolin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122
Propan, gaschromatographische Bestimmung 355
1,3-Propandiamin, Abtrennung 219
Propanthiole, Identifizierung und Bestimmung in Öl 377
Propionsäure, Nachweis 225, 226
Propylamin, Abtrennung 219
Propylen, gaschromatographische Bestimmung 355; Bestimmung in Äthylen- und Äthan-Äthylenfraktionen 234
Proteine, Bestimmung in Teigwaren 79; papierelektrophoretische Trennung von Eierproteinen 79; elektrophoretische Trennung von Serumproteinen 313; Bestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 390, 391
Prothrombin, Bestimmung in Blut 393; Bestimmung der Thrombokinase bei der Blut-Prothrombinbestimmung 393
Prothrombinzeit, Bestimmung 393
Puffersubstanzen, Verwendung von Natriumhydrogendiglykolat 51
Pulver, Bestimmung von Diphenylamin 384
Purine, Bestimmung in Nucleinsäuren 396
Putrescin, Abtrennung 219
Pyren, Nachweis in Tabakrauch 385
Pyridin, Lösungsmittel zur Titration von Säuren in nichtwäßriger Lösung 123; Bestimmung mit Cyanid und Chloramin T 289
Pyridin-Alkalireaktion zur Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff in der Luft 131
Pyridinderivate, Bestimmung mit Cyanid und Chloramin T 289
Pyrimidine, Bestimmung in Nucleinsäuren 396
Pyrogallol, Nachweis 232
Pyrohydrolyse, Anwendung in der Tüpfelanalyse 125; Verwendung zur Spaltung von organischen Verbindungen 215
Pyrrol, Reaktion mit Indol und Carbazol 289

Quecksilber, Verteilung der Oxinate zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268; Farbreaktion 359, 421; potentiometrische Titration 54; polarographische Bestimmung 48; Abtrennung von Zirkonium 345; Einfluß auf die Goldtitration 55; auf die Thoriumbestimmung 351; Reinheitsprüfung für polarographische Zwecke 47
Quecksilber(I), cerimetrische Bestimmung 81
Quecksilbermolybdat, Bildung in saurer Lösung 59
Quecksilberoxinat, Verteilung zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268
Quercetin, Nachweis 287
Quercetinsulfonsäure zur Bestimmung von Germanium 204

R-Säure, Bestimmung 441
Radiale Entwicklung in der Papierchromatographie 40
Radialverfahren in der Elektrophorese und Elektrorheophorese 42
Radioaktivität, Apparatur zur kontinuierlichen Registrierung auf Papierchromatogrammen 42; Bestimmung von Gewässern 135
Radiopapierchromatographie zur Untersuchung der Wackenroderschen Reaktion 1

Rattenurin, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin als Sympathin 314
Reaktoren, Bestimmung von Neptunium-239 und Plutonium-239 in Kühlmantellösungen 462
Reduktionen, Gerät zur Ausführung 53
Registrierpolarograph, Entwicklung 46
Resazurin, ascorbinometrische Bestimmung 414
Resazurinderivate, Bestimmung 414
Resorcin, Nachweis 232; Bestimmung kleiner Mengen 232
H-Resorcin, Reagens zur Bestimmung von Borsäure 200
Resorufin, ascorbinometrische Bestimmung 414
Resorufinderivate, Bestimmung 414
Rhenium, Bestimmung 69; Trennung von Wolfram 207; Bestimmung in molybdänhaltigen Produkten 157
Rheniumantimonid, Untersuchung 445
Rheniumpräparate, Bestimmung von Molybdän 146
Rhodamin 6 G zur Bestimmung von Gallium 64
Rhodamin S zur Bestimmung von Gallium 64
Rhodium, Nachweis 125; spektralphotometrische Bestimmung 76; Abtrennung 210; Trennung von Eisen, Nickel und Kupfer 77
Rhodium(III)-hydroxyd, Auflösung in Perchlorsäure 373; Untersuchung 77
Ricinolsäure, Bestimmung 441
Rinder, Bestimmung der Wirksamkeit von Insulin 320
Röntgen-Kleinwinkelstreuung, Anwendungen 352
Rohdrogen, Bestimmung von Rohfett 303
Roheisen, Bestimmung von Kupfer 144
Rohfett, Bestimmung in Rohdrogen 303
Rubeanwasserstoff als Reagens auf Co-Ni, Pd, Ag und Ru 75
Rubidium, maßanalytische Bestimmung 198; Abtrennung 54
Rückenmarksflüssigkeit, Bestimmung der Proteinfraktion 391
Rückstände, Bestimmung von Wasser 375; Schema der Analyse des unlöslichen Rückstandes 124
Rundfilterchromatogramm, Auswertung 121
Ruthenium, Nachweis 124; photometrische Bestimmung 75

Säulenchromatographie, Trennungen mit Hilfe komplexbildender Adsorbentien 40
Säulenelektrophorese, Anordnung 358
Säure-Base-Titrationen, Verwendung von gefärbten Ionenaustauschharzen als Indicatoren 51
Säurechloride, Analyse von Säurechloriden des Phosphors 230
Säuremonochromblau 3 als Indicator bei der Magnesiumbestimmung 129
Säuren, Verhalten gegenüber den Lösungsmitteln 124; Titration in nichtwäßriger Lösung 123, 124; Bestimmung organischer Säuren 436; Bestimmung organischer Säuren in marinen Ablagerungen 152; Bestimmung in Oxydationsprodukten von Paraffinen 236
Säurezahl, Bestimmung in Braunkohlenbitumenstoffen 235
Safrol, Farbreaktion 216
Salicin, Bestimmung 159
Salol, zur Durchführung von Mikrokristallreaktionen 126
Salpetersäureester, Bestimmungsmöglichkeiten 303
Samariumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Sandsteine, Bestimmung von Thorium und Uran 454
Sauerstoff, gaschromatographische Bestimmung 355; Bestimmung in organischen Verbindungen 213; in organischen Substanzen Berichtigung 400; in Gasgemischen 133; in Wasser 442; Registrierung in Wässern 134; Bestimmung des Verbrauches in petrochemischen Abwässern 134; kleiner Mengen in Titan 139; im Stahl 146; Bestimmung von Ozon 133
Scandiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Schädlingsbekämpfungsmittel, Bestimmung von Kupfer 464; von Schwefel und Halogenen 383
Schäffersäure, Bestimmung 441
Schlacken, Bestimmung von Titan(II) und (III) in Schlacken, die zweiwertiges und metallisches Eisen enthalten 460
Schmalz, Nachweis von verdorbenem oder regeneriertem Schweineschmalz 293
Schmelzen, Mikrokristallreaktionen 126
Schmieröle, Bestimmung von Bor 378
Schwefel, Beiträge zur Chemie des Schwefels 88; analytische Charakteristik des käuflichen und gereinigten Schwefels 88; amperometrische Bestimmung von Mikrogrammengen Sulfidschwefel 205; Bestimmung in

organischen Verbindungen 214; in Kohlen und Humussäuren 235; in Erdölproben 376; in Schädlingsbekämpfungsmitteln 383
Schwefelsäure, Titration mit Bariumchlorid und Ba-Acetat unter Verwendung von durchlässigen Membranelektroden 43; Bestimmung in Kesselablagerungen 153; Bestimmung von Spuren Selen 157
Schwefeltrioxyd, Bestimmung in Aluminiumsulfat 264
Schwefelwasserstoff, radioaktiver Schwefelwasserstoff bei der Untersuchung der Wackenroderschen Reaktion 7; Bestimmung in Wasser 443
Schweflige Säure, radioaktive schweflige Säure zur Untersuchung der Wackenroderschen Reaktion 3; Bestimmung in Lebensmitteln 292
Schweine, Bestimmung der Wirksamkeit von Insulin 320
Schweineschmalz, Nachweis von verdorbenem aber regeneriertem Schweineschmalz 293
Sedimentgesteine, Bestimmung von Bor 266
Seifen, Bestimmung von Hexachlorophen und Bithionol 383
Selen, Bestimmung von Spuren in Schwefelsäure 157
Selen-75, Abtrennung 70
Selenige Säure, zur Trennung von Niob und Zirkonium 368
Seltene Erden, Bestimmung mit Arsenazo, 359; Fluorbestimmung in Fluoriden der Seltenen Erden 60
D,L-Serin, R_f-Wert 310
Serum, Absorptionsspektren von ikterischen Seren 320; elektrophoretische Untersuchung 312; papierelektrophoretische Analyse von Blutserum 312; Bestimmung von Calcium und Magnesium mit Metomega-Chromblau BBL als Indicator 165; von Bromid in kleinsten Mengen 308; von Eisen 387; thiol- und disulfidhaltiger Aminosäuren 312; des mit Alkohol fällbaren Bilirubins 394; Nachweis und Bestimmung von Isoniazid 290
Serumeisen, Bestimmung 387
Serumhydrolysate, Bestimmung thiol- und disulfidhaltiger Aminosäuren 312
Serumproteine, elektrophoretische Trennung 313
Shikimisäure, Bestimmung 291
Sialinsäuren, Bestimmung in biologischem Material 397
Silber zur Titration von Halogenen 128; photometrische Bestimmung 75; maßanalytische Bestimmung 360; Trennung von Nickel 209; Bestimmung in Kupfer 298; im Schwefel 99; Bestimmung von Blei 301; von Wismut 298;
Silber-hexanitrito-kobaltat(III) zur Bestimmung von K, Rb, Cs, Th und NH_4 198
Silicat, Nachweis 124
Silicate, Bestimmung von Kieselsäure 454
Silicium, Bestimmung kleinster Mengen in Wasser 18; in Kupferlegierungen 135; in Beryllium 136; in Antimon, Gallium, Indium und Thallium 141; in Tellur 447; in aluminothermisch dargestelltem Chrom 143; in Gußeisen 448; in Platin und Palladium 452; in Hochofenschlacken 152; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 201; Bestimmung von Bor mit Curcumin 140
Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung von Alkoholen und Phenolen neben Äthoxy-, Methoxy- und Phenoxygruppen 382
Silicomolybdänblau zur Bestimmung von Silicium in Wasser 18
Solvatationszahlen, Bestimmung 340
Spartein, papierchromatographische Eigenschaften 160; Bestimmung als Dipikrat 160
Speiseöle, Bestimmung von Linolsäure 227
Spektralanalyse, Entwicklung der automatischen Spektralanalyse 38; Verfahren, das unabhängig von der Zusammensetzung und Struktur der Probe ist 37; kondensierter Gleichstrombogen für die spektrochemische Analyse von pflanzlichen Materialien 464
Sperma, Bestimmung der Purine und Pyrimidine in Nucleinsäuren von Fischsperma 396
Spermidin, Abtrennung 219
Spermin, Abtrennung 219
Spodumen, Bestimmung von Lithium 148
Spurenanalyse durch Gaschromatographie 120
Stärke, Bestimmung in Wurstwaren 293
Stäubemittel, Bestimmung von Hexachlorophen und Bithionol 383
Stahl, spektralanalytische Untersuchung 447; Bestimmung von Kupfer 101, 144, 145, 448; von Kohlen-

stoff in Chromnickelstählen 145; von Titan 145; von Blei in Automatenstahl 449; von Sauerstoff 146; von Molybdän, 146; der Oxydeinschlüsse 448; von Mangan in chrom- und vanadiumhaltigen Stählen 147; von Natriumsalzen, Chrom und Eisen in Beizen für Stahl 461
Standardsubstanzen, Zugabe bei der Flammenphotometrie 39
Stearinsäure, Bestimmung 225, 441
2-Stearoyloleopalmitin, Bestimmung 229
Sterine, Bestimmung in Blutserum 315
Steroidalkohole, Bestimmung 316
Stickstoff, gaschromatographische Bestimmung 355; Schnellbestimmung nach Dumas 211, 212; gaschromatographische Untersuchung des Azotometergases bei der Bestimmung nach Dumas 425; Kjeldahl-Bestimmung in Verbindungen mit NN- und NO-Bindungen 212; Bestimmung in Gasgemischen 133; in Wasser 442; fehlerhafte Werte in Titanlegierungen 301; Bestimmung von Ozon 133
Stickstoffbasen, Basizität 219
Stockpunkt, Bestimmung in Erdölproben 376
Strontium, Bestimmung 362; Abtrennung 57; von Zink 58; Bestimmung im Schwefel 99
Strychnin, Titration 291
Styrol, Bestimmung neben Methyloleat 286
Succinylchlorid, zur Wasserbestimmung 126
Sulfadiazin, Bestimmung 304
Sulfaisoamidin, Bestimmung 304
Sulfapyridin, Bestimmung 304
Sulfat, Nachweis 124; flammenphotometrische Bestimmung 368; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; auf die Phosphatbestimmung 107
Sulfhydrylgruppen, Reaktion mit N-Äthylmaleinimid 217, 218; Bestimmung in intakter Wolle 237
Sulfide, Bestimmung organischer Sulfide 218; Untersuchung in Gasen 296; Bestimmung aromatischer Sulfide in Petroleumölen 236
Sulfidschwefel, Bestimmung von Mikrogrammengen 205
Sulfit, Bestimmung 4, 10
Sulfomucopolysaccharide, Nachweis 391
4-Sulfo-5-nitro-2-hydroxy-α-naphthalinazo-β-naphthol, als Indicator in der Chelatometrie 128
Sulfonsäuren, Nachweis 126
Superphosphate, Bestimmung von Phosphorsäure mit Ionenaustauschern 156
Sympathin, bei der Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin in Urin 314

Tabak, Bestimmung von 3,4-Benzpyren 385; von Chininsäure 386; von Flavonoiden 387
Tabakblätter, Bestimmung von 3,4-Benzpyren 386
Tabakrauch, Nachweis cancerogener Kohlenwasserstoffe in Kondensaten 385; Bestimmung von 3,4-Benzpyren 385
Tabletten, Bestimmung von Prednison 304
Tanninsäure zur Trennung der Metalle der Eisen- und Titangruppe 52
Tantal, Nachweis 124; Bestimmung 69
Tantal-Molybdän-Legierungen, Bestimmung von Molybdän 432
Tantalsäure, Bestimmung von Niob und Titan 157
Taurocholsäure, Abtrennung 319
Taurodesoxycholsäure, Abtrennung 319
Taurolithocholsäure, Abtrennung 319
Technicon, Fraktionssammler zur Sammlung von Fraktionen mit gleichem Volumen 130
Teigwaren, Bestimmung des Eigehaltes 79
Tellur, Trennung von Te^{IV} und Te^{VI} 70; Bestimmung in Zinn 301; in Wismut 301; Bestimmung der Verunreinigungen in elementarem Tellur 446
Tellur-127 und -129, Abtrennung 70
Temperaturabhängigkeit von p_H-Meßketten 43
Terbiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Terephthalsäure, Bestimmung in Gemischen 287
Terpineol, Farbreaktion 216
Tetrabutylammoniumhydroxyd zur Titration von Säuren in nichtwäßriger Lösung 123
Tetrachloräthan, Bestimmung in der Luft 131
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung in der Luft 131
Tetracyclin, Bestimmung 306; Wertbestimmung 305
Tetracyclin-Antibiotica, Titration der Basen und Hydrochloride in pharmazeutischen Zubereitungen 305; polarographisches Verhalten, Bestimmung der Abbauprodukte 306

Tetrahydrocortison, Absorptions- und Fluorescenzspektrum 317
Tetrahydrohydrocortison, Absorptions- und Fluorescenzspektrum 317
Tetramethylphosphoniumchlorid, Bestimmung kleiner Mengen 220
Tetraphenyl, Bestimmung 233
Tetraphenyloborate von Aminen, thermische Stabilität und Löslichkeit 283; Schmelzpunkte 284
Tetrathionat, Bestimmung 5, 13
Thallium, polarographische Bestimmung 48; Bestimmung mit Brillantgrün in Gesteinen und Erzen 149; Bestimmung von Cadmium 138; von Silicium 141
Thallium(I), Bestimmung 129; maßanalytische Bestimmung 198; cerimetrische Bestimmung 83
2-Thiabutan, Bestimmung im Öl 377
Thiapentane, Bestimmung im Öl 377
β-2-Thienylalanin, R_f-Wert 310
Thioacetamid, Geschwindigkeit der Hydrolyse 52; zur Bestimmung von Zink 58; zur Fällung von Cadmiumsulfid 58
2,2′-Thio-bis-(4,6-dichlorphenol), Bestimmung in festen und flüssigen Seifen 383
Thioharnstoff, polarographische Untersuchung 230
Thioharnstoff-Formaldehydkondensationsprodukte, Bestimmung von Formaldehyd 380
Thiophen, Bestimmung in Petroleumölen 236
Thiophosphorsäureester, Bestimmung in der Luft 133
Thiosulfat, Bestimmung 4, 10
Thomasgußproben, spektralanalytische Untersuchung 447
Thorium, Farbreaktion 421; Nachweis 125; Bestimmung mit Natriumbenzolsulfinat 60; mit Nitroso-SNADNS 347; mit Arsenazo 359; Abtrennung 52; von Uran 63; von Titan, Zirkonium und anderen Begleitelementen 364; von Zirkonium 345; Bestimmung in Sandsteinen 454; in Monazitsand 455; in biologischen Materialien 307
Thorium-230, Bestimmung in fluorierten uranhaltigen Lösungen 461
Threonin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122
Thrombokinase, Titration bei der Bestimmung des Blut-Prothrombins 393
Thujon, Farbreaktion 217
Thuliumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Thymol, Nachweis 232
Thyramin, R_f-Wert 310
Tinkturen, Bestimmung von Spartein 160
Titan, Nachweis 125; Bestimmung neben Niob 366; Abtrennung 52; von Thorium 364; von Zirkonium 67, 345; Bestimmung von Mikromengen in Niob 143; Bestimmung in technischer Tantalsäure 157; im Schwefel 99; in Stahl, Leichtmetallen, Gesteinen und Gläsern 145; von Titan(II) und Titan(III) in Schlacken, die zweiwertiges und metallisches Eisen enthalten 460; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 201; auf die Thoriumbestimmung 351; Bestimmung von Sauerstoff 139; von Wolfram 301; von Eisen und Aluminium neben Titan 372
Titanchromotropreagens zur Bestimmung kleiner Mengen Fluorwasserstoff 206
Titandioxyd, Bestimmung 150
Titangruppe, bester p_H-Bereich zur Trennung von der Eisengruppe 52
Titanlegierungen, Bestimmung von Magnesium 361; fehlerhafte Stickstoffwerte 301; Bestimmung von Wolfram 301
Titanoxalatokomplexe, Oxydation mit Kaliumpermanganat 130
Titanweiß, Bestimmung von Spuren Molybdän und Wolfram 156
Titrationen, angefärbte Ionenaustauscharze als Indicatoren bei Säure-Base-Titrationen 51
Titrationskurven, theoretische Zusammenhänge für die Form bei der Deadstop-Methode 44
Tocopherol, Bestimmung in Plasma 320
Tocopherolacetat, Bestimmung in Plasma 320
Tolidin, Eigenschaften und Farbreaktionen 420
Toluidine, Eigenschaften und Farbreaktionen 419
p-Toluolsulfonylchlorid, zur Wasserbestimmung 126
Ton, Bestimmung von Kieselsäure 454
Toxikologische Analyse, Identifizierung von Barbituraten 86
Trans-α-Glucosylase, Bestimmung 394
Treibmittel, Bestimmung von Diäthyl- und Dibutylphthalat 240
Triäthanolamin, Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
Triäthylamin, Einfluß auf die Extraktion von Zinkoxinat 271
Triäthylarsinreagens auf organische Perverbindungen 436

Triäthylentetramin, Abtrennung 219
Tributylammonium-Titan-sulfosalicylat zur Bestimmung von Titan 145
Trichloräthylen, Bestimmung in der Luft 131
Trijodfluorescein, Indicator bei der Titration von Halogen mit Silber 128
1,3,5-Trinitrobenzol, Bestimmung in Molekularverbindungen 286
2,4,7-Trinitrofluorenon, Bestimmung in Molekularverbindungen 286
Trinkwasser, Bestimmung von Urochromen 297
Triphenylmethanverbindungen als Redoxindicatoren bei Titrationen mit Cer(IV) 172
Tris(1,10-phenanthrolin)-eisen(II)-ion zum Nachweis und zur Bestimmung von Cyaniden 65
Trithionat, Bestimmung 4, 10
Tropfpunkt, Bestimmung in Erdölproben 376
Tropolon zur Bestimmung von dreiwertigem Eisen 208
Tryptophan, Abtrennung 122
Tüpfelanalyse, Verwendung der Pyrohydrolyse 125
Tüpfelteste, Glasapparatur zur Erleichterung 53
Tyrosin, Nachweis 232; R_f-Wert 310; Trennung von Phenylalanin 310
Tyrothricin, Wertbestimmung 305

Übergangsmetalle, Fällung komplexer Ionen mit wasserlöslichen Kunststoffen 29
Überlagerungsgerät für Hochfrequenztitrationen 49
Uran, Anreicherung durch Ionenaustausch zur Bestimmung in festen Proben 61; Bestimmung 57, 202; von Mikromengen 63; differentialphotometrische Bestimmung 62; polarographische Bestimmung 365; in kleinen Mengen 62; Bestimmung mit Arsenazo 359; mit Nicotinamidoxim 326; maßanalytische Bestimmung 195; Abtrennung 63; Analyse ternärer Legierungen mit Plutonium und Molybdän 137; Bestimmung in Wismutlegierungen 445; in Erzen 452; in Gesteinen 453; in Sandsteinen 454; in Monazitsand 455; kleiner Mengen in Kalisalzen 458; in Uranhexafluorid 458; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; Bestimmung von Bor 363
Uran(IV), Fällung mit Natriumhexametaphosphat 62; Bestimmung mit Kaliumjodat 365; cerimetrische Bestimmung 174
Uran(VI), Fällung als komplexes Ion 29; Bestimmung mit Ferron 201; Abtrennung von Zirkonium 345
Uran-Aluminium-Brennstoffelemente zur Untersuchung auf Bor 363
Uranhaltige Lösungen, Bestimmung von Ionium in fluorierten uranhaltigen Lösungen 461
Uranhexafluorid, Bestimmung von Uran 458
Uranylion, Nachweis 202
Uranylsulfatlösungen, Bestimmung von Neptunium-239 und Plutonium-239 462
Urate, Bestimmung in Harnsteinen 396
Urin, Nachweis und Bestimmung von Isoniazid 290; Bestimmung von Meprobamat 309; von Adrenalin und Noradrenalin als Sympathin 314; siehe auch Harn
Urochrome, Bestimmung in Trink- und Brauchwasser 297
Uronsäuren, Bestimmung 232, 438
UV-absorbierende Substanzen, Lokalisierung auf Papierchromatogrammen 41

Valin, R_f-Wert 310; Abtrennung 122
Vanadium, Bestimmung 202; colorimetrische Titration mit Cyanoferrat-(III) 15; Bestimmung mit Diphenylcarbazid 156; Abtrennung 63; von Zirkonium 345; Bestimmung in Böden 158; Bestimmung von Phosphor 143; von Eisen und Aluminium neben Vanadium 372
Vanadium(IV), cerimetrische Bestimmung 174
Vanadiumhaltige Stähle, Bestimmung von Mangan 147
Vanadiumpentoxyd, Bestimmung von Phosphor 143
Vanadomolybdatreagens zur Bestimmung von Phosphorsäure 367
Verbrennungsrückstände, Analyse der Verbrennungsrückstände von Schwefel 91
Verunreinigungen, Anreicherung anorganischer Verunreinigungen im Schwefel 90
Verzinnungsbäder, Bestimmung von Sn(II) neben Sn(IV) 464
Vinylacetylen, gaschromatographische Bestimmung 355
Vinyläther, Farbreaktion 216
Vioform, papierchromatographische Analyse der Mischungen mit Oxin 33

Viskosität, Bestimmung in Erdölproben 376
Vitamin C, Bestimmung in Fruchtsäften 80
Vitexin, Nachweis 287
Vitrit, Bestimmung der Aromatgrößenverteilung 375
Voltammetrische Analyse, theoretische Zusammenhänge 48

Wachs, Bestimmung in Erdölproben 376
Wackenrodersche Reaktion, papierchromatographische Utnersuchung 1
Wasser, Bestimmung durch Hydrolyse von Succinylchlorid 126; Bestimmung in Bariumchlorid 127; in Glycerin 382; in Aceton 182; Bestimmung der Verteilung in Butter 293; in flüssigem Fluorwasserstoff 158; in Rückständen, Bleicherden und festen Brennstoffen 375; Verteilung von Metall-8-hydroxychinolinverbindungen zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268; Bestimmung von Gasen 442; der künstlichen Radioaktivität 135; kleinster Mengen Silicium 18; Einfluß von Fremdsalzen auf die colorimetrische Bestimmung der Kieselsäure im Meerwasser 443; Bestimmung von Phosphor in Kesselwasser und Abwasser 297; des Sauerstoffverbrauches petrochemischer Abwässer 134; Registrierung des Sauerstoffgehaltes 134; Bestimmung von Molybdän 297; von Nitrilen 225; von Urochromen in Trink- und Brauchwasser 297; siehe auch Abwasser
Wasserekonomiser, Bestimmung von Schwefelsäure in den Ablagerungen 153
Wasserstoff, gaschromatographische Bestimmung 355; Mikrobestimmung 434; Bestimmung in organischen Substanzen 433; des aktiven Wasserstoffs in organischen Verbindungen 211; Bestimmung in Gasgemischen 133
Wasserstoffperoxyd, Bestimmung in Mischungen 222
Wechselstrompolarographie, Untersuchungen 46
Weinhefeöl, Bestimmung der Zusammensetzung 79
Wismut, Fällung als komplexes Ion 30; Nachweis 126; Bestimmung 66; gravimetrische Bestimmung 69; titrimetrische Bestimmung 205; Abtrennung von Uran 63; Bestimmung in Silber 298; im Schwefel 99; in Tellur 447; Untersuchung auf Fremdmetalle 300
Wismut-210, Abtrennung 70
Wismutchlorid, Bestimmung 47
Wismutlegierungen, Bestimmung von Uran, Zirkonium, Magnesium und Eisen 445
Wolfram, Nachweis 124; Bestimmung 71, 202; Titration 71, 195; Trennung von Rhenium 207; Bestimmung in Beryllium 136; in Titan, Zirkonium und ihren Legierungen 301; in Erzen 453; in Titanweiß 156; Bestimmung von Molybdän neben Wolfram 30
Wolframelektrode zur Polarographie in Lithiumchlorid-Kaliumchlorid-Schmelzen 48; zur Bestimmung von Molybdän 369
Wolfram-Molybdän-Legierungen, Bestimmung von Molybdän 432
Wolframpräparate, Bestimmung von Molybdän 146
Wolle, Bestimmung von Sulfhydryl- und Disulfidgruppen in intakter Wolle 237
Wurstwaren, Bestimmung von Stärke 293

Xylenole, Nachweis 232
Xylidylblau zur Bestimmung kleinster Mengen Magnesium 56
Xylole, Bestimmung in Gemischen 285

Ytterbiumfluorid, Bestimmung von Fluor 60
Yttriumfluorid, Bestimmung von Fluor 60

Zement, Bestimmung von Kieselsäure 454
Zigarettenrauch, Nachweis von Butan-2,3-dion, Pentan-2,3-dion und Glyoxal 385
Zigarettentabak, Bestimmung von 3,4-Benzpyren 386
Zimtalkohol, Farbreaktion 216
Zincon zur Bestimmung von Zink in pflanzlichem Material 239
Zink, Verteilung der Oxinate zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268; Farbreaktion 169, 359; photometrische Bestimmung mit Murexid als Indicator 200; potentiometrische Titration 54; polarographische Bestimmung 48; chelatometrische Titration 128; Bestimmung mit Metomega-Chromblau BBL als Indicator 170; Bestimmung mit Thioacetamid 58; Trennung von den Kationen anderer analytischer Gruppen 58; von Zirkonium 345; von Kobalt nach der Amalgammethode

209; Bestimmung in Beryllium 136; in Aluminium- und Kupferlegierungen 299; in Zinn 301; in Blei 301; in Wismut 301; im Schwefel 99; in Eisenmetallen 450; in Pflanzenaufschlüssen 238; in pflanzlichem Material mit Zincon 239
Zinkamalgam zur Reduktion von Metallen und organischen Verbindungen 127
Zinklegierungen, Bestimmung von Indium 137
Zinkoxinat, Verteilung zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 268
Zinkoxyd, Bestimmung in Zinkstaub 444
Zinkphosphatierungsbäder, Betriebskontrolle 461
Zinkstaub, Bestimmung von Zinkoxyd 444
Zinn, Nachweis 124; Bestimmung 55; polarographische Bestimmung 48; kleiner Mengen 66; Bestimmung mit Phenylfluoron 204; Abtrennung von Zirkonium 345; Bestimmung in Beryllium 136; in Blei 301; in Zirkoniumlegierungen 139; in Zirkonium- und Nichteisenlegierungen 302; in Tellur 447; in Ferrowolfram 451; in Platin und Palladium 452; Bestimmung neben Blei in Erzen 374; von Sn(II) neben Sn(IV) in alkalischen Verzinnungsbädern 464; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; Untersuchung auf Fremdmetalle 300
Zinn-Phosphorbronze, Bestimmung von Silicium 136
Zirkonium, Farbreaktion 421; gravimetrische Bestimmung mit m-Äthylphenoxyessigsäure 343; Bestimmung mit Alizarinblau S 67; Abtrennung 52; von Thorium 364; von Titan 67; von Niob 368; Bestimmung in Wismutlegierungen 445; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 351; Bestimmung kleiner Mengen von Hafnium 139; von Wolfram 301
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Zinn 139, 302; kleiner Mengen Hafnium 139; Bestimmung von Wolfram 301
Zirkoniumphosphat, Fällung 67
Zucker, Bestimmung des Acetylierungsgrades 229; Bestimmung in Malzextrakt 78; in gebleichter und ungebleichter Holzcellulose 379
Zuckersäfte, Bestimmung von Calcium 78